

Experimentell-vergleichende Untersuchungen von  
Dentin-Haftvermittler-Systemen

**Dissertation**  
**zur Erlangung des akademischen Grades**  
doctor medicinae dentariae (Dr. med. dent.)

**Vorgelegt dem Rat der Medizinischen Fakultät  
der Friedrich-Schiller-Universität Jena**

**von Zahnärztin Anja Müller**  
**geboren am 28. 03. 1977 in Friedrichroda**

## **Gutachter**

- 1. Prof. Dr. D. Welker, Jena**
- 2. Prof. Dr. E. Glockmann, Jena**
- 3. Prof. Dr. B. Reitemeier, Dresden**

**Tag der öffentlichen Verteidigung: 03. März 2009**

## Inhaltsverzeichnis

		Seite
<b>1</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Einleitung</b>	<b>4</b>
2.1	Bedeutung der Adhäsive	4
2.2	Adhäsion	5
2.3	Schmelz-Dentin-Adhäsive	6
2.3.1	Definition und Zusammensetzung	6
2.3.2	Anforderungen an Dentin-Adhäsive	8
2.3.3	Geschichtliche Entwicklung	8
2.4	Verbundpartner Zahnhartsubstanzen	10
2.4.1	Haftungsmechanismus am Schmelz	12
2.4.2	Haftungsmechanismus am Dentin	12
2.4.3	Klassifizierung der Dentinadhäsive	18
<b>3</b>	<b>Aufgabenstellung</b>	<b>26</b>
<b>4</b>	<b>Material und Methode</b>	<b>29</b>
4.1	Untersuchte Werkstoffe und deren Zubereitung	29
4.1.1	Adhäsivsysteme	29
4.1.1.1	Photopolymerisierende Präparate	29
4.1.1.2	Dualhärtende Präparate	33
4.1.2	Füllungs- und Befestigungscomposites	35
4.1.3	Weitere Werkstoffe und Hilfsmittel	36
4.2	Herstellung der Prüfkörper	38
4.2.1	Prüfkörper für die Untersuchungen der Scherhaftfestigkeit am Dentin	38
4.2.1.1	Füllungsmethode	39
4.2.1.2	Befestigungsmethode	41
4.2.2	Prüfkörper für die Untersuchungen des Randspaltes (Mikroleakage)	41
4.3	Untersuchungsmethoden	42

4.3.1	Scherhaftfestigkeit am Dentin	42
4.3.2	Mikroleakageuntersuchungen (Farbstoffpenetrationstests)	44
4.3.3	pH-Wert-Messungen	44
<b>5</b>	<b>Ergebnisse</b>	<b>45</b>
5.1	pH-Wert-Messungen	45
5.2	Scherhaftfestigkeit am Dentin von Rinderzähnen	46
5.2.1	Adhäsive Füllung ohne Opaker	46
5.2.2	Adhäsive Füllung mit Opaker	47
5.2.3	Befestigung von Prüfkörpern	50
5.3	Scherhaftfestigkeit am Dentin von Rinderzähnen nach Wechsellast	52
5.3.1	Adhäsive Füllung ohne Opaker	52
5.3.2	Befestigung von Prüfkörpern	54
5.4	Scherhaftfestigkeit am Dentin von menschlichen Zähnen	56
5.4.1	Adhäsive Füllung ohne Opaker	56
5.4.2	Adhäsive Füllung mit Opaker	57
5.4.3	Befestigung von Prüfkörpern	58
5.5	Scherhaftfestigkeit am Dentin von menschlichen Zähnen nach Wechsellast	60
5.5.1	Adhäsive Füllung ohne Opaker	60
5.5.2	Befestigung von Prüfkörpern	61
5.6	Mikroleakageuntersuchungen	62
<b>6</b>	<b>Diskussion</b>	<b>65</b>
6.1	pH-Wert-Messungen	65
6.2	Scherhaftfestigkeit am Dentin von Rinderzähnen	68
6.2.1	Adhäsive Füllung ohne Opaker	68
6.2.2	Adhäsive Füllung mit Opaker	71
6.2.3	Befestigung von Prüfkörpern	73
6.3	Scherhaftfestigkeit am Dentin von Rinderzähnen nach Wechsellast	75
6.3.1	Adhäsive Füllung ohne Opaker	75
6.3.2	Befestigung von Prüfkörpern	77



6.4	Scherhaftfestigkeit am Dentin von menschlichen Zähnen	78
6.4.1	Adhäsive Füllung ohne Opaker	78
6.4.2	Adhäsive Füllung mit Opaker	80
6.4.3	Befestigung von Prüfkörpern	81
6.5	Scherhaftfestigkeit am Dentin von menschlichen Zähnen nach Wechsellast	82
6.5.1	Adhäsive Füllung ohne Opaker	82
6.5.2	Befestigung von Prüfkörpern	83
6.6	Mikroleakageuntersuchungen	85
<b>7</b>	<b>Schlussfolgerung</b>	<b>88</b>
<b>8</b>	<b>Tabellenanhang</b>	<b>90</b>
8.1	pH-Wert-Messungen	90
8.2	Scherhaftfestigkeit in MPa am Dentin von Rinderzähnen	90
8.2.1	Adhäsive Füllung ohne Opaker	90
8.2.2	Adhäsive Füllung mit Opaker	91
8.2.3	Befestigung von Prüfkörpern	91
8.3	Scherhaftfestigkeit in MPa am Dentin von Rinderzähnen nach Wechsellast	91
8.3.1	Adhäsive Füllung ohne Opaker	91
8.3.2	Befestigung von Prüfkörpern	92
8.4	Scherhaftfestigkeit in MPa am Dentin von menschlichen Zähnen	92
8.4.1	Adhäsive Füllung ohne Opaker	92
8.4.2	Adhäsive Füllung mit Opaker	92
8.4.3	Befestigung von Prüfkörpern	92
8.5	Scherhaftfestigkeit in MPa am Dentin von menschlichen Zähnen nach Wechsellast	93
8.5.1	Adhäsive Füllung ohne Opaker	93
8.5.2	Befestigung von Prüfkörpern	93
8.6	Mikroleakageuntersuchungen	93
8.7	Statistiktabellen	94
<b>9</b>	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>104</b>
<b>10</b>	<b>Anhang</b>	<b>118</b>

# 1 Zusammenfassung

Gegenstand dieser Arbeit war es, die Haftfestigkeit von Dentinadhäsiven zum Dentin zu untersuchen. Auch Differenzen innerhalb von Produktgruppen standen zur Diskussion.

Dentinadhäsiv-Systeme unterschiedlicher Konzepte (Total-Etch-Technik und Self-Etch-Technik) wurden deshalb hinsichtlich ihrer Scherhaftfestigkeit am Rinder- und Menschendentin sowie in ihrem Randspaltverhalten experimentell-vergleichend untersucht und bewertet:

Es handelt sich um folgende Präparate:

- Aus der Gruppe der Dentinadhäsive, die nach dem Total-Etch-Prinzip arbeiten, mit mehreren Applikationsflaschen und 3-4 Anwendungsschritten: Syntac<sup>®</sup> Assortment (Ivoclar Vivadent) und Solobond Plus (VOCO)
- Sogenannte Ein-Flaschen-Systeme mit demselben Anwendungskonzept und zwei Applikationsschritten: Excite<sup>®</sup> DSC (Ivoclar Vivadent), Gluma<sup>®</sup> Comfort Bond + Desensitizer (Heraeus Kulzer) und One coat bond (Coltene<sup>®</sup> Whaledent)
- Schmelz- und Dentinkonditionierende Adhäsivsysteme mit Zwei-Schritt-Applikation: AdheSE<sup>®</sup> (Ivoclar Vivadent), Optibond Solo<sup>™</sup> plus (Kerr), Contax (DMG Hamburg), UniFil<sup>®</sup> Bond (GC) und Xeno<sup>®</sup> III (Dentsply De Trey)
- All-in-One-Adhäsive mit nur einer Applikationsflasche und einem Anwendungsschritt: Adper<sup>™</sup> Prompt<sup>™</sup> L-Pop<sup>™</sup> (3M ESPE), iBond<sup>™</sup> Gluma<sup>®</sup> inside (Heraeus Kulzer) und ED-Primer II - Panavia<sup>™</sup> F 2.0 (Kuraray)

Alle genannten Adhäsivsysteme wurden zur adhäsiven Füllung und mit Ausnahme von One coat bond, AdheSE, UniFil Bond und Xeno III mit ihren jeweilig herstellerspezifischen Befestigungscomposites zur experimentellen Befestigung verwendet. ED-Primer kann nach Herstellerangaben nur zur Befestigung von indirekt hergestellten Restaurationen genutzt werden.

Zur Haftfestigkeitsprüfung wurden Rinderzähne verwendet, an denen die reine Scherhaftkraft der Dentin-Adhäsive in Kombination mit Füllungs- und Befestigungswerkstoffen an planer Dentinoberfläche gemessen wurde.

Entsprechende Verbundkörper wurden nach 24h-Lagerung in physiologischer Kochsalzlösung bzw. nach 25.000 Zyklen Lastwechsel in einem Temperaturwechselbad an einer Universalprüfmaschine abgeschert.

Hinzu kamen Mikroleakage-Untersuchungen mittels Farblösung an adhäsiv befestigten Prüfkörpern nach 16, 24, 40 und 48 Stunden.

Außerdem wurde der pH-Wert einzelner Systemkomponenten gemessen, weil der Säuregehalt der Dentinadhäsive in direktem Zusammenhang zu ihrer Konditionierungsfähigkeit am Dentin steht. Die Tiefe der durch die Säure geschaffenen Hohlräume im Dentin sowie die zur Haftung relevanten Strukturen wurden mittels mikroskopischer und elektronenmikroskopischer Aufnahmen dargestellt.

Zusätzlich wurden 3 ausgesuchte Systeme (Syntac® Assortment, Gluma® Comfort Bond + Desensitizer sowie iBond™ Gluma® inside) an menschlichen Zähnen auf ihre Scherhaftfestigkeit nach adhäsiver Füllung und Befestigung untersucht, da diese Systeme bei den Untersuchungen am Rinderdentin die besten Ergebnisse erzielten. Auch hier wurden die Resultate nach 24h-Lagerung in physiologischer Kochsalzlösung und nach künstlicher Alterung durch Temperaturwechsellast miteinander verglichen.

Die Ergebnisse wurden diskutiert und Empfehlungen für den klinischen Einsatz abgeleitet.

Innerhalb der Gruppe der Total-Etch-Systeme erwies sich das Einkomponenten-Adhäsiv Gluma® Comfort Bond + Desensitizer in den meisten Untersuchungen als am besten haftendes Adhäsivsystem, sowohl bei Rinder-, als auch bei Menschenzähnen. Hinsichtlich dieser Eigenschaft übertraf es das bewährte Mehrkomponenten-Adhäsiv Syntac® Assortment, welches ebenfalls nach dem Total-Etch-Konzept arbeitet. Demgegenüber erreichte das Total-Etch-System mit Zweischritt-Applikation Excite® DSC in den meisten Versuchsserien nur niedrige Scherhaftfestigkeiten und kann mit den anderen Produkten dieses Konzeptes nicht konkurrieren.

Mit vergleichsweise höchsten initialen Haftfestigkeitswerten sowie auch nach Temperaturwechsellast konnte bei den Systemen, die ohne separaten Säureätzschritt das Dentin konditionieren, das All-in-One-Adhäsiv iBond™ Gluma® inside

überzeugen und ist zur adhäsiven Füllung und Befestigung von Restaurationswerkstoffen zu empfehlen. Im Vergleich dazu schnitt ein anderes Self-Etch-System dieser Gruppe in den meisten Untersuchungen mit niedrigen Scherhaftfestigkeiten nur ungenügend ab: Das All-in-One-Adhäsiv Adper™ Prompt™ L-Pop™.

Weiterhin ergab das Auftragen einer Opakerschicht zwischen Adhäsivschicht und Füllungscomposite bei den meisten Systemen zwar tendentiell höhere Haftfestigkeiten am Rinderdentin, aber nur bei Xeno® III statistisch signifikant. An humanem Dentin wurde dagegen ein statistisch signifikanter Unterschied zwischen „mit und ohne Opakerschicht“ bei allen untersuchten Dentin-Adhäsiven festgestellt.

Obwohl hohe initiale Haftfestigkeiten auf eine gute Haftkraft des Adhäsivsystems schließen lassen, zeigte sich nach künstlicher Alterung der Prüfkörper aller Präparate eine deutliche Verschlechterung, was an einem langjährigen adhäsiven Halt der Restauration unter Mundbedingungen zweifeln läßt.

Aufgrund der niedrigen unzureichenden Scherhaftfestigkeiten kann bei keinem der untersuchten Adhäsivsysteme eine alleinige Verankerung indirekter Restaurationen als reine Dentinhaftung empfohlen werden. Bei der Präparation sollte deshalb auf schmelzbegrenzte Präparations- und Kavitätenränder geachtet werden, die mittels konventioneller Säure-Ätz-Technik konditioniert werden.

Aus den Farbstoffpenetrationstests ging außerdem hervor, dass bei keinem der untersuchten Adhäsive ein optimaler Randschluss erzielt wurde, was ebenfalls auf eine fragliche Dauerhaftigkeit schließen läßt.

Am Zahnschmelz sind durch ihre bewährte Qualität und Sicherheit der Säurekonditionierung die Total-Etch-Systeme den Self-Etch-Systemen vorzuziehen, bzw. ist den Self-Etch-Adhäsiven ein zusätzlicher Ätzschritt voranzustellen.

Wenn irgend möglich, ist eine schmelzbegrenzte Präparationsform anzustreben, da die Dentin-Haft-Systeme im Laufe ihrer bisherigen Entwicklung zwar immer besser, aber gegenwärtig langfristig noch nicht dauerhaft sind. Gründe dafür sind, trotz hoher Initialhaftung, nicht beherrschbare Alterungsprozesse im Grenzbereich zwischen dem Adhäsiv-Kunststoffverbund und dem biologischen Substrat Dentin, während der Zahnschmelz ein überwiegend anorganisches Substrat darstellt, das weit weniger Veränderungen unterworfen ist.

## **2 Einleitung**

### **2.1 Bedeutung der Adhäsive**

Langzeiterfolge nach der Applikation eines Werkstoffes an der Zahnhartsubstanz sind nur dann zu erwarten, wenn eine dauerhafte Bindung zwischen dem biologischen Zahnmaterial und dem einzugliedernden Werkstoff hergestellt werden kann. Zu dieser Verbindung gehören im Fall einer Füllung zwei Bindungspartner: auf der einen Seite das Substrat Zahnhartsubstanz und auf der anderen das Adhäsiv als plastisch applizierter und später verfestigter Werkstoff. Im Fall der Eingliederung eines extraoral fertiggestellten und später festsitzenden Zahnersatzes sind zwei Substrate, die Zahnhartsubstanzen und der Werkstoff des Zahnersatzes, mit einem Adhäsiv - dem plastischen und später verfestigten Befestigungswerkstoff zu verbinden, so dass zwei Grenzflächen oder Verbunde entstehen.

Ein dauerhafter Verbund zwischen biologischem und technischem Substrat ist durch die unterschiedliche Natur der Partner und dem biologischem Milieu schwer herzustellen und, wenn primär gelungen, durch schwierigste Bedingungen grundsätzlich gefährdet. Ursache sind unter anderem der ungleiche Wärmeausdehnungskoeffizient von Füllungs- bzw. Befestigungsmaterialien sowie Schmelz und Dentin und vor allem die Polymerisationsschrumpfung der Composite. Diese ist inzwischen zwar geringer, aber selbst bei den modernen schrumpfungsarmen Composites auf Siloran-Basis nicht ausgeschaltet (Soltész 1998, Haller und Blunck 2003).

Da Füllungs- und Befestigungskunststoffe nicht per se an den Zahnhartsubstanzen haften, würden sich ohne einen Kopplungsmechanismus in Folge der Polymerisation Spalten bilden. Weitere Kofaktoren für die Spaltbildung sind die unterschiedlichen chemischen und physikalischen Eigenschaften von Zahnhartsubstanzen und Füllungs- bzw. Befestigungsmaterial. Spalten führen durch Speichel- und Mikroorganismenpenetration zu Verfärbungen und Sekundärkaries (Brosh et al. 1997, Eliades 1994, Geurtsen und Schoeler 1997). Unter Belastung wird die Mundhöhlenflüssigkeit regelrecht in den sich weiter öffnenden Randspalt gepumpt (Perkolation).

## 2.2 Adhäsion

Der Begriff Adhäsion wird aus dem lateinischen adhaerere („anhaften“) hergeleitet und beschreibt den Zustand einer Grenzflächenschicht von zwei Körpern oder Stoffen, die eng miteinander in Kontakt stehen. Die zwei wichtigsten Mechanismen der Adhäsion sind mechanischer und chemisch-physikalischer Art. Die mechanische Haftkomponente kommt durch geometrische und rheologische Effekte zwischen den Verbundpartnern zustande (Lutz et al. 1975). Der geometrische Effekt bezeichnet die Verankerung eines Adhäsivs in mikroretentiven Poren und Rauigkeiten eines Körpers bzw. Substrates. Das Aufschumpfen eines applizierten Adhäsivs auf mikroretentive Strukturen wird als rheologischer Effekt bezeichnet.

Die chemisch-physikalische Haftkomponente ist in ihrer Wirkungsweise wesentlich komplexer (Bischof und Possart 1983) und wird in unterschiedlichen Theorien (Polarisationstheorie, elektrostatische Theorie, Diffusionstheorie, Adsorptions- und Benetzungstheorie) dargestellt. Die Wirksamkeit der chemischen Adhäsion stützt sich auf Hauptvalenzbindungen, zu denen die Atombindung, die Ionenbindung und die Metallbindung gehören. Da solche Bindungskräfte in Reichweiten von 0,1-0,2 nm wirksam sind, erfordern sie eine dementsprechende Annäherung von Substrat und Adhäsiv. Weiterhin zählen Nebervalenzbindungen zur chemisch-physikalischen Haftkomponente. Diese werden durch Wasserstoffbrücken und Dipolbindungen charakterisiert und haben etwas größere Reichweiten von 0,3-1,0 nm.

Um einen primären Haftverbund herzustellen, sind bestimmte Anforderungen an Adhäsiv und Substrat zu stellen (Welker 1996). Das Substrat muss frei von Verunreinigungen sein, eine hohe mechanische Festigkeit besitzen, gute Benetzbarkeit durch hohe Oberflächenenergie aufweisen und eine große wirksame Oberfläche haben. Diese ist ein nicht sichtbares Ergebnis der Substratvorbereitung und im Hinblick auf die Substrat-Adhäsiv-Bindung entscheidend. Neben der wirksamen Oberfläche sind noch die beiden metrisch ermittelbaren Oberflächen wichtig. Dazu gehören die geometrische Oberfläche, die sich visuell sichtbar aus der mechanisch-präparierten Verbundfläche ergibt und die wirkliche Oberfläche, welche die mikroskopisch-retentive Fläche nach Konditionierung widerspiegelt.

Aber auch an das Adhäsiv sind hohe Erwartungen geknüpft. So soll es eine ausreichend niedrige Viskosität aufweisen, um überhaupt in die durch Konditionierung mikrostrukturierte Oberfläche eindringen zu können. Weiterhin muss

es durch eine geringe Oberflächenspannung gut benetzen, eine hohe mechanische Eigenfestigkeit und minimale Polymerisationsschrumpfung besitzen.

Die Möglichkeit eines Verbundversagens beruht auf antiadhäsiven Kräften, die sich in Größe und zeitlichem Fortgang ändern können. Dazu gehört die eigene mechanische Gegenkraft des Adhäsivs, welche durch Polymerisationskontraktion entsteht. Darüber hinaus erzeugt das intraorale Milieu durch Temperatur- und Feuchtwechsel Volumenschwankungen und Gefügespannungen. Funktionelle und gegebenenfalls parafunktionelle Beanspruchungen einer Restauration belasten die Adhäsion ebenfalls. Neben der mechanischen Gegenkraft existiert außerdem eine chemische. Diese wird durch das Konkurrenzverhalten von Fremdmolekülen bei einer an sich stabilen Wasserstoffbrückenbindung bestimmt, bei der eindringende Wassermoleküle zum Beispiel um die Bindungsplätze der Aminogruppen des Dentinkollagens konkurrieren. Klinische Erfahrungen und experimentelle Untersuchungen (Göbel und Welker 1996) haben gezeigt, dass Verbunde mit experimentellen Scherhaftfestigkeiten über 10 MPa den durchschnittlichen Belastungen der Mundhöhle auf längere Zeit gewachsen sind.

An den Zahnhartsubstanzen ist es möglich durch Säurekonditionierung Mikrostrukturen zu schaffen, in die Kunststoffe mit einer Diacrylat-Matrix eindringen und sich verankern können. Dadurch sind sie viel bessere Haftpartner an der Zahnhartsubstanz als andere Befestigungsmaterialien, wie zum Beispiel die Zemente (Gomolka 2003). Werkstoffe werden in der Regel durch Korundstrahlen mikrostrukturiert, die Zahnhartsubstanzen durch Säuren.

Vorteil der adhäsiven Befestigungs- und Füllungstechnik ist vor allem eine minimal-invasive, defektbezogene Präparation am Zahn, die iatrogene Pulpairritationen verringert und bessere ästhetische Resultate liefert. Eine adhäsiv befestigte Restauration führt auch zu einer Stabilisierung von Restzahnschubstanz und Restauration (Bernal et al. 1993).

## **2.3 Schmelz-Dentin-Adhäsive**

### **2.3.1 Definition und Zusammensetzung**

Schmelz-Dentin-Adhäsive sind Haftvermittler, die zu Zahnhartsubstanzen einerseits und Restaurationsmaterialien andererseits eine Verbindung eingehen (Piöch et al. 1998). Sie dienen nicht nur als reine Verbindungsstoffe, sondern auch als

Imprägnierungsmittel, um die hydrophile Dentinoberfläche für hydrophobe Substanzen benetzbar zu machen.

Die Verbindung zu den Zahnhartsubstanzen ist zumeist mikroretentiver Natur, die Verbindung zu den Restaurationsmaterialien erfolgt zumeist chemisch.

Im Allgemeinen bestehen die Adhäsive aus drei Komponenten, deshalb werden sie auch als *Adhäsiv-Systeme* bezeichnet, da jede der Komponenten besondere Aufgaben im Haftmechanismus erfüllen muss.

### **1. Konditionierer:**

Sie enthalten anorganische oder organische Säuren, wie Phosphorsäure, Maleinsäure oder Zitronensäure. Als weitere Inhaltsstoffe können Metallsalze (z.B.  $\text{FeCl}_3$ ), Aminosäuren (z.B. n-Phenylglycerin) oder Chelatoren [z.B. Ethylendiamintetraessigsäure (EDTA)] verwendet werden.

- Aufgabe am Dentin: Oberflächliche Demineralisation (ca. 10  $\mu\text{m}$ ) und Freilegung des Kollagennetzwerkes (bis ca. 30  $\mu\text{m}$ )

### **2. Primer:**

Sie beinhalten neben anorganischen oder organischen Säuren hydrophile, gut benetzungsfähige Monomere mit polaren Gruppen. Solch eine Gruppe kann aus Dipentaerytriolpentamethacryloyloxyphosphat (PENTA), Hydroxyethylmethacrylat (HEMA) oder Polyethylenglycol-Dimethacrylat (PEG-DMA) bestehen. Es gibt wasser-, aceton- und/oder alkoholhaltige Primer.

- Aufgabe: - wasserlösliche amphiphile Monomermoleküle penetrieren konditionierte Dentinstrukturen,  
- Bindeglied zwischen hydrophilem Dentin und hydrophoben Composite-Bestandteilen

### **3. Adhäsiv/Bonding:**

Ähnlich wie bei Primern finden hydrophile Methacrylate wie HEMA oder PEG-DMA Verwendung. Für die Haftfähigkeit am Zahnschmelz und die Verbindung zum Composite sind außerdem ungefüllte niedrigvisköse Dimethacrylate verantwortlich. Glutaraldehyd kann zur Kollagenstabilisierung des Dentinnetzwerkes beigefügt sein. Als Lösungsmittel dienen Aceton und/oder Alkohol.



- Aufgabe: Monomermoleküle stabilisieren oberste Dentinschichten, polymerisieren und bilden ein Netzwerk aus polymerisiertem Methacrylat und Dentinbestandteilen zur sogenannten Hybridzone.

Dentin-Adhäsive besitzen in der Regel zwei funktionelle Gruppen, von denen die eine eher hydrophil und die andere hydrophob reagiert. Die „wasserkompatible“ Gruppe hat eine hohe Affinität zu Dentinbestandteilen, da die chemische und strukturelle Beschaffenheit des Dentins eine Anbindung zu hydrophoben Komponenten nicht zulässt. Die hydrophobe Gruppe des Adhäsivs ermöglicht eine Reaktion zum Kunststoff als Befestigungsmaterial. Damit dient das Adhäsiv mit seinen amphiphilen Eigenschaften als Vermittler zwischen dem hydrophilen Dentin und dem hydrophoben Composite.

### **2.3.2 Anforderungen an Dentin-Adhäsive**

Nach Haller (1992a, 1994), Blunck (1996) und Charlton (1996) sollen Dentin-Adhäsivsysteme folgende Forderungen erfüllen:

- Gute Benetzung der Zahnhartsubstanz
- Keine Hydrolyseanfälligkeit der geknüpften Bindung
- Hohe initiale Haftung, welche der Polymerisationsschrumpfung entgegenwirkt
- Dauerhafte Haftung unter Belastung
- Biokompatibilität an Pulpagewebe und Schleimhaut sowie keine systemischen Effekte (z. B. allergisierendes Potential)
- Einfache und schnelle Verarbeitung, Reduzierung der Einzelkomponenten und Mischvorgänge

### **2.3.3 Geschichtliche Entwicklung**

Schon seit Mitte des 18. Jahrhunderts wurden Werkstoffe verwendet, um Zahnhartsubstanz zu ersetzen (Beham 1984). Als Füllungsmaterial wurden neben Amalgam Silikat- und Silicophosphatzemente benutzt, während Zinkoxidphosphatzement als Befestigungsmaterial für metallische Restaurationen diente. Da diese Werkstoffe keine Eigenhaftung an den Zahnhartsubstanzen zeigten, mussten entsprechende Retentionsformen präpariert werden, um den Halt durch mechanische Verkeilung in Oberflächenrauigkeiten zu erreichen. Im Jahre 1968

wurde von D. C. Smith der sogenannte Carboxylatzement entwickelt, dem 1972 der von Wilson und Kent entdeckte Glasionomerzement (GIZ) folgte. Beiden Werkstoffen liegt ein Reaktionsmechanismus von Polycarbonsäuren mit Metalloxiden bzw. Silikaten zugrunde, wobei die stark polare Polycarbonsäure mit dem Hydroxylapatit des Zahnes eine chemische Verbindung eingehen kann. Nachteilig und bis heute nicht völlig behoben sind die initiale Feuchtigkeitsempfindlichkeit, ihre begrenzte Mundbeständigkeit durch Löslichkeit sowie eingeschränkte Ästhetik (Viohl und Welker 2008).

Den Grundstein der adhäsiven Zahnmedizin legte 1948 Dr. Oskar Hagger, der ein Bonding an Zahnhartsubstanzen erstmals erwähnte und auf den der Füllungskunststoff Sevriton zurückgeht (Frankenberger et al. 2004). Den nächsten und viel wichtigeren Schritt auf dem Weg zur adhäsiven restaurativen Therapie konnte Dr. Michael Buonocore 1955 erreichen, indem er die Grundprinzipien der Adhäsion erfüllen und durch Phosphorsäure ein retentives Ätzmuster am Zahnschmelz erzeugen konnte. Allerdings wurde durch diese Technik keine Haftung am Dentin hergestellt. Zur Verankerung von Kunststoff-Füllungsmaterial am Dentin wurde von Fischer et al. (1968) ein neuartiges Haftsysteem entwickelt, dass eine chemische Bindung zum Kollagen des Dentins erbringen sollte. Als Co-Katalysator verwendete er Tri-n-butylboran (TBB). Das Produkt Palakav offenbarte sich allerdings als Misserfolg.

Bowen veröffentlichte 1965 die Entwicklung der oberflächenaktiven Substanz N-Phenyl-Glycine-Glycidyl-Methacrylat (NPG-GMA). Diese sollte die Benetzungsfähigkeit des Kunststoffes verbessern, wurde in dem Produkt Cosmic-Bond kommerzialisiert und später, aufgrund mangelnder Haftfähigkeit, wieder vom Markt zurückgezogen.

Fusayama entwickelte 1979 den Zweikomponenten-Haftvermittler Clearfil-Bond-System F, wobei zum Erreichen der Haftung Schmelz und Dentin geätzt wurden. Das Adhäsiv sollte in die trichterförmig eröffneten Dentinkanälchen eindringen und ohne Schrumpfung polymerisieren.

Im Jahre 1983 berichtete Bowen bei einem IADR-Meeting über eine Drei-Stufen-Vorbehandlung des Dentins. Die komplizierte und sehr zeitaufwendige Anwendung über acht Arbeitsschritte à vier Minuten stellten allerdings die praktische Anwendbarkeit in Frage.

Mittlerweile kann man auf eine Vielzahl von Dentinadhäsiven zurückgreifen, die in rascher Abfolge zum Teil in ihrer Zusammensetzung verändert oder durch Nachfolgeprodukte ersetzt werden. Dabei ist es für den Praktiker schwierig zwischen den innovativen Marktaussagen der Hersteller und den wissenschaftlich abgesicherten Erkenntnissen zu differenzieren (Schäfer 1999).

## 2.4 Verbundpartner Zahnhartsubstanzen

Die Kenntnis der Anatomie und Morphologie der Zahnhartsubstanzen sind unabdingbare Voraussetzungen für die optimale Adaptation von Füllungs- und Befestigungsmaterialien. **Zahnschmelz** ist im ausgereiften Zustand die härteste Substanz des menschlichen Körpers (Hellwig et al. 1999). Seine Härte wird bedingt durch seine anorganische Natur, wobei die Menge der anorganischen Verbindungen je nach Analysemethode und Entnahmestelle zwischen 93 und 98 Gew.% schwankt. An der Schmelzoberfläche werden mit 390 KHN (Knoop-hardness numbers) höhere Härtewerte erreicht als mit ca. 250 KHN an der Schmelz-Dentin-Grenze. Dies lässt sich mit Konzentrationsschwankungen einzelner Elemente erklären. Die Hauptbestandteile Calcium und Phosphor liegen im Schmelz in einem Verhältnis von 1:1,2 als Hydroxylapatit ( $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ) vor. Weitere Formen der Apatitkristalle sind in Fluorapatit und karboniertem Apatit zu finden, wobei das fluoridierte Hydroxylapatit die stabilere Kristallgitterstruktur aufweist. Als weitere häufig vorkommende Substanzen (von rund 40 nachgewiesenen) sind Carbonat, Magnesium, Natrium und Fluorid zu nennen. Wasser als zweitgrößte Fraktion der anorganischen Bestandteile liegt im Zahnschmelz in zwei verschiedenen Formen vor. Ein Teil ist kristallin als Hydratationshülle an die Apatitkristalle gebunden, während der lose Anteil mit organischen Strukturen verbunden ist. Die kleine Menge an organischer Substanz setzt sich aus ca. 58 % Proteinen, ca. 40 % Lipiden, Spuren von Kohlenhydraten, Ziträt und Lactat zusammen.

Der größte Anteil des menschlichen Zahnes wird vom **Dentin** gebildet. Im Gegensatz zum Schmelz ist es ein vitales, weniger stark mineralisiertes Gewebe, welches zu 45 Vol.% aus anorganischem und ca. 30 Vol.% aus organischem Material besteht. Der verbliebene Anteil von ca. 25 Vol.% wird vom Wasser ausgefüllt (Schroeder 1976). Neben verschiedenen Spurenelementen füllen Phosphat und Calcium in kristalliner Form als Apatit bzw. amorphes Calciumphosphat den größten Teil am mineralisierten Anteil aus. Die Kristallite sind allerdings denen des Schmelzes in

Länge, Breite und Dicke wesentlich unterlegen, und sie liegen nicht in Prismenform geordnet vor. Dentin ist im Gegensatz zum spröden und brüchigen Schmelz viel elastischer und durch den höheren organischen Anteil, der zu 91-92 Vol.% von Kollagen und kollagenartigen Verbindungen geprägt wird, weniger hart.

Embryologisch gesehen, bilden Dentin und Pulpa eine genetische und funktionelle Einheit (Mjör 2002). Dies bedeutet, dass physiologische oder pathologische Reaktionen in einem dieser beiden Gewebe auch das andere betreffen und beeinflussen. Ein typisches histologisches Merkmal des Dentins sind die Tubuli oder Dentinkanälchen, welche eine direkte Verbindung zur Pulpa darstellen. Der Dentinliquor, eine extrazelluläre Flüssigkeit aus der Pulpa, füllt zusammen mit den Odontoblastenfortsätzen die Tubuli aus (Pashley et al. 1981) und macht das Dentin zum hydrophilen Substrat. In der gesunden Pulpa herrscht ein hydrostatischer Druck von 30-40 mm Hg, demnach ist der Flüssigkeits-Druckgradient in den Tubuli nach außen gerichtet. Die Anzahl und Dichte der Dentinkanälchen variiert im Querschnitt von pulpanahem zu pulpaferem Dentin und hängt darüber hinaus auch vom Alter des Zahnes ab. Ungefähr 28 Vol.% des Gesamtquerschnittes des Dentins wird pulpanah von eröffneten Tubuli bestimmt, während er im Bereich der Schmelz-Dentin-Grenze nur etwa 4-10 Vol.% beträgt (Hoppe und Stüben 1965, Söderholm 1995). Entsprechend nimmt auch der Durchmesser der Dentinkanälchen von der Peripherie zur Pulpa hin zu.

Die Kanalwände der Tubuli sind von peritubulärem Dentin ausgekleidet. Es wird als grundlegende Struktur um die Odontoblastenfortsätze während der Dentinogenese ausgebildet (Takuma 1967). Es ist sehr homogen, dicht und am stärksten von allen Dentinstrukturen mineralisiert. Dieses histologische Strukturmerkmal ist hinsichtlich der Haftungsfähigkeit sehr bedeutend. Die Pulpa hat auf äußere Reize (Attrition, Erosion, bakterielle Reize, iatrogene Schäden) hin die Möglichkeit, durch Apposition von Material die Dentintubuli einzuengen und sich zum Schutz bis zur vollständigen Obliteration abzudichten (sklerosiertes Dentin). Die altersbedingte Bildung von sklerosiertem Dentin beginnt im Wurzelbereich sowie peripher der Zement-Dentin-Grenze (Schroeder 1976, Duke et al. 1991), also den typischen Lokalisationen der Wurzelkaries und von cervikalen Läsionen. Als weiteres, für die Haftung wichtiges Strukturelement ist neben den Tubuli das intertubuläre Dentin zu nennen, welches weniger stark mineralisiert ist und zu über 50 % aus kollagenem Netzwerk besteht. Somit ist Dentin aufgrund seines heterogenen Aufbaus, seiner Hydrophilie durch den

Dentinliquor und den hohen organischen Anteil als ein wesentlich schwierigeres und diffizileres Substrat als Schmelz zur Adhäsion von Kunststoffen zu sehen (Haller und Blunck 2003).

#### **2.4.1 Haftungsmechanismus am Schmelz**

Heute wird die Schmelzhaftung bezüglich ihrer klinischen Eignung als unproblematisch eingeschätzt (Frankenberger et al. 2000, 2004, Hannig et al. 2002, Göhring et al. 2003). Die Konditionierung des Schmelzes ergibt eine ideale Oberflächenmorphologie für die mikromechanische Verankerung von Kunststoffen, da durch die unterschiedliche Säurelöslichkeit der Schmelzprismen im Zentrum und in der Peripherie (zwischenprismatische Substanz) das für die Adhäsion nutzbare Ätzmuster entsteht. Dieses ermöglicht das Eindringen von ungefüllten und gefüllten Adhäsiven und führt via Photopolymerisation zu einer innigen Verbindung mit dem Zahnschmelz (Asmussen 1977, Frankenberger et al. 1997, 2000). Außerdem wird durch den Ätzzvorgang die Oberflächenenergie des Schmelzes so erhöht, dass die Schmelzoberfläche in ihrer Benetzbarkeit stark verbessert wird (Jendresen und Glantz 1981, Ruyter 1995). Beim Konditionieren des Schmelzes geht eine Schicht von ca. 10 µm irreversibel verloren, während die histologischen Veränderungen eine Tiefe von 30-50 µm betreffen (Hellwig et al. 1999). Für die Schmelzätzung wird üblicherweise 15-40 %ige Phosphorsäure in Gelform verwendet, die 20-60 s appliziert und danach mit Wasserspray zusammen mit den entstandenen Präzipitaten entfernt wird (Blunck 2004).

#### **2.4.2 Haftungsmechanismus am Dentin**

Ein Haftverbund zwischen Dentin und Composite durch Dentinadhäsive *kann* durch mikromechanische Verzahnung und durch einen chemischen Verbund zu dieser diffizilen Zahnhartsubstanz erreicht werden. Chemisch gibt es prinzipiell zwei Möglichkeiten wie die funktionelle Gruppe des Haftvermittlers mit dem Dentin reagieren kann: Zum Einen mit dem Calcium des Hydroxylapatits des Dentins (hauptsächlich durch phosphorhaltige Verbindungen), zum Anderen mit den Amino-, Amid-, Carboxyl- bzw. Hydroxylgruppen der organischen Bestandteile des Dentins, z. B. dem Kollagen (durch Säurechloride, Carboxylsäureanhydride, Isocyanate und Aldehyde/Ketone). Allerdings zeigten mehrere Untersuchungen, dass eine solche chemische Adhäsion durch kovalente Bindung eher schwach bzw. unwahrscheinlich

ist (Edler et al. 1991, Hellwig et al. 1999). Der entscheidende Hafthalt entsteht durch eine Mikroverzahnung im partiell demineralisierten intertubulären Dentin durch Etablierung einer **Hybridschicht** (Ernst 2001).

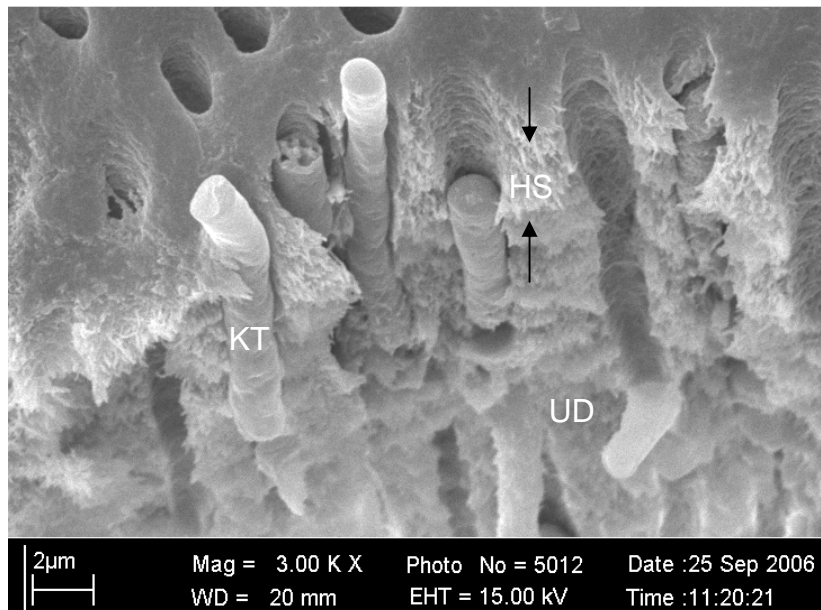


Abb. 1: REM-Aufnahme einer Hybridschicht mit infiltriertem Kollagenfasergeflecht und Kunststofftags nach Phosphorsäurekonditionierung des Dentins und Bonding mittels Adhäsiv Gluma im Sinne des Total-Etch-Konzeptes (3000-fache Vergrößerung)  
 HS: Hybridschicht  
 KT: Kunststofftag in Dentintubuli  
 UD: unverändertes Dentin

Diese stellt eine Mischstruktur aus demineralisiertem Dentin und in durch Konditionierung geschaffene Hohlräume infiltrierten Monomeren dar (Nakabayashi et al. 1982, Van Meerbeek et al. 1992). Durch die Demineralisation kommt es zu einem irreversiblen Verlust an Dentin in einer ca. 10 µm Schichtdicke. Zusätzlich wird das Kollagennetzwerk bis zu 30 µm tief freigelegt. Anderen Angaben zufolge finden durch die oberflächliche Demineralisierung des Dentins die partiellen Entkalkungen vor allem im peritubulären Dentin statt, da diese Struktur stärker mineralisiert ist (Brenner 2004). Durch die Säurekonditionierung wird ferner der sogenannte „smear layer“ modifiziert. Diese Schmierschicht bildet sich präparationsbedingt, besteht aus Zahnbestandteilen, Zelltrümmern und Bakterien, welche die Tubuli verschließen und stellt eine Art Dentinversiegelung dar (Dippel et al. 1984). Allerdings erweist sie sich auf Dauer instabil und als Haftungshindernis, indem sie den Kontakt des Composites mit dem Dentin erschwert (Haller und Blunck 2003). Daher hat sich die Auflösung, bzw. die Modifizierung des smear layer heute als Standard erwiesen. Die freigelegte Kollagenmatrix und die eröffneten Dentintubuli werden dabei von funktionellen hydrophilen Monomeren, die im Primer enthalten sind, durchdrungen und durch das amphiphile Dentinadhäsiv stabilisiert. Auf diese Weise entstehen auch die sogenannten Kunststoffzapfen („**resin-tags**“), die die eröffneten Dentintubuli bis zu einer gewissen Tiefe füllen und hermetisch verschließen. Allerdings scheinen die

Kunststoffzapfen hinsichtlich der Dentinhaftung im Vergleich zur Hybridschicht eine eher untergeordnete Bedeutung zu besitzen (Haller 1992b). Denn aufgrund der Polymerisationsschrumpfung kleiden die Tags die Dentinkanälchen nicht wandständig aus (Abb. 2), und es kommt durch die Gegenwart des Dentinliquors zu einer unvollständigen Polymerisation der Zapfen (Lutz et al. 1993).

Außerdem wurde gezeigt, dass die ausgebildeten Kunststofftags an extrahierten Zähnen wesentlich tiefer in die Dentinkanälchen eingedrungen waren als bei vitalen Zähnen, da bei diesen der Liquor eine vergleichbar tiefe Penetration des Kunststoffes verhindert (Swift et al. 1995). Allerdings fallen bei Untersuchungen an extrahierten Zähnen unkalkulierbare Faktoren weg.

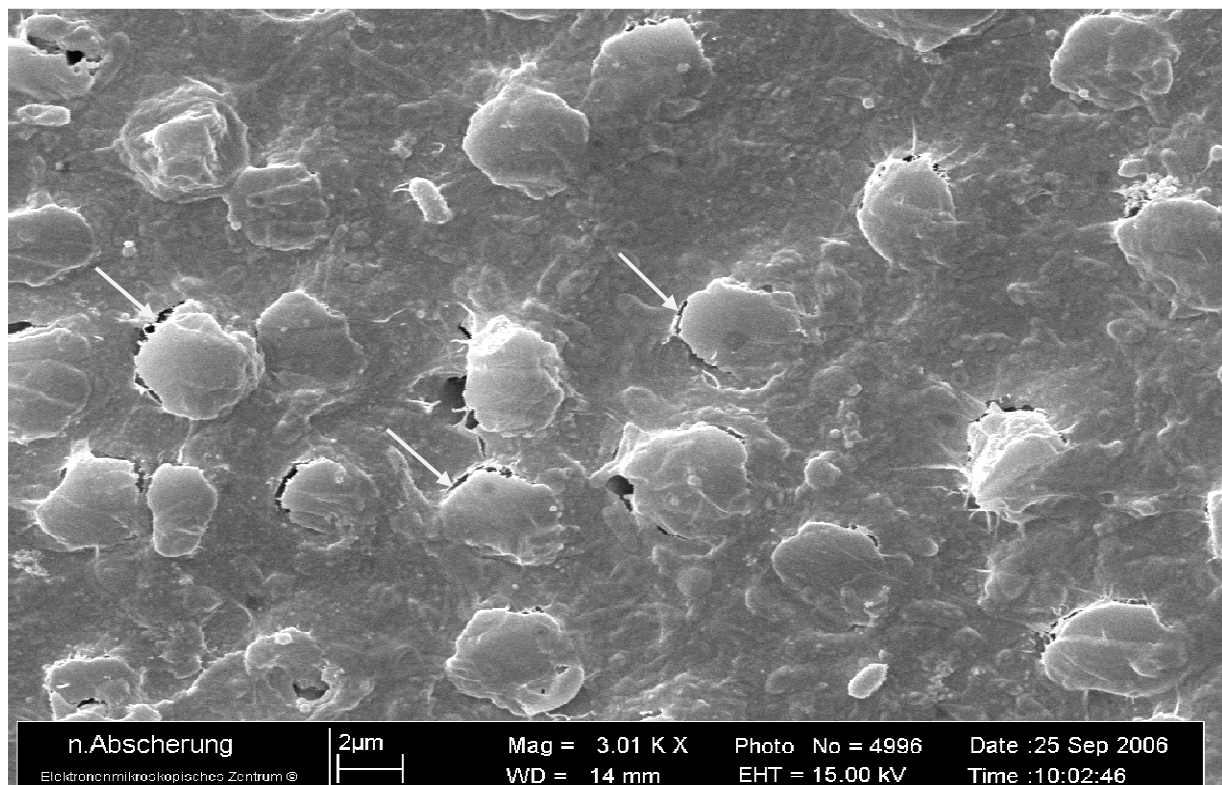


Abb. 2: REM-Aufnahme:  
Dentinoberfläche nach Abscherung bei 3000-facher Vergrößerung: minimale Randspaltenbildung (Pfeile) zwischen Kunststofftag und Dentintubuli durch Polymerisationsschrumpfung

Der Erfolg bzw. Misserfolg der Adhäsivtechnik hängt nach Ernst (2001) von der Qualität und Ausdehnung der beschriebenen Hybridschicht ab. Verfärbungen im Bereich von Füllungsrandern, Sekundärkaries, postoperative Schmerzen und der Verlust von Füllungsmaterialien gelten nach Saunders und Saunders (1996) und Walshaw und Mc Comb (1996) als die häufigsten Folgen einer unzureichenden Hybridisierung. Die Festigkeit des adhäsiven Verbundes wird nach Gwinnett (1994b) hauptsächlich durch die mikromechanische Verankerung im Bereich der

Hybridschicht hergestellt. Nach derzeitigem Verständnis spielt die Verteilung der Restauration durch gehärtete Kunststofftags in den Dentintubuli und chemische Bindungsphänomene gegenüber der Ausbildung der Hybridschicht eine untergeordnete Rolle (van Meerbeek et al. 1991, Swift et al. 1995).

Ein weiterer Einflussfaktor für den Haftungserfolg ist die Penetrationsfähigkeit des Primers, die vom verwendeten Lösungsmittel abhängt. Dabei kann es sich um Wasser, Aceton oder Alkohol handeln. Das eigentliche Bonding oder Adhäsiv muss nun in der Lage sein, die penetrierten Hohlräume vollständig auszufüllen. Geschieht dies nicht, entsteht das Phänomen der „**Nanoleakage**“. Dieser Begriff wurde von Sano et al. (1995) eingeführt, um eine bestimmte Form von Undichtigkeiten am dentinbegrenzten Restaurationsrand zu kennzeichnen. Nanoleakage tritt als Folge der Säureätzung auf und ermöglicht im Bereich der Hybridschicht ein Eindringen von pulpalen oder oralen Flüssigkeiten zwischen Dentin und Adhäsivmaterial (Pioch 2000), ist also nicht, wie Mikroleakage, an Randspalten gebunden. Sano et al. (1994b) sowie Pashley et al. (1994) konnten nachweisen, dass bestimmte Substanzen die Hybridschicht penetrieren können, ohne dass dafür ein Randspalt vorhanden sein muss. Die Größe dieser Hohlräume ist abhängig vom verwendeten Adhäsivsystem und von der Applikationstechnik (Ätzdauer, Dentinfeuchtigkeit). Nanoleakage entsteht durch inhomogene Demineralisation des Dentins während des Konditionierens (Kinney et al. 1995). In zahlreichen Untersuchungen konnte nachgewiesen werden, dass moderne Dentin-Haftvermittler nicht in der Lage sind, die durch Säureeinwirkung entstandenen Hohlräume, die mit einer Größe von etwa 10-50 nm angegeben werden, wieder aufzufüllen (Paul et al. 1999, van Meerbeek et al. 1998) und das in seinem kohäsiven Zusammenhalt geschwächte Dentin zu stärken (Sano et al. 1994a, Tay et al. 1999). Möglicherweise ist diese Zone des partiell demineralisierten Dentins mit den entstandenen Hohlräumen die Schwachstelle des adhäsiven Verbundes (Sano et al. 1999, Spencer und Swafford 1999).

Für die Haftung spielt die **Sklerosierung** des Dentins eine wichtige Rolle. Als physiologische Alterung ist sie durch eine Verdickung des peritubulären Anteils bis hin zur vollständigen Obliteration des Tubulus durch Anlagerung von peri- und intertubulärem Dentin gekennzeichnet (Schroeder 1976). Visuell erscheint das sklerotisch veränderte Dentin als homogene transparente Struktur. Klinisch bedeutsam sind die wesentlich schlechtere Säurelöslichkeit und damit die erzielte



geringere Haftwerte (Heymann et al. 1988, Hickel 1997). Dies wird durch die klinische Beobachtung bestätigt, dass bei älteren Patienten Restaurationen in cervikalen Bereichen ohne vorherige Präparation einer Retentionsform öfter verloren gehen als bei jüngeren Patienten. Deshalb wird die Entfernung von oberflächlich sklerosiertem Dentin empfohlen, da dies zu höheren Haftwerten führen soll (Charlton 1996).

Ein weiteres Problem für die Haftung am Dentin stellt die bereits genannte Schmierschicht dar (Schäfer 1999). Nach der Präparation mit rotierenden Instrumenten wird die Schmelz- und Dentinoberfläche von einer amorphen, zähhaftenden, ca. 0,5-15 µm dicken Schicht bedeckt, die zunächst als „Schleifstaubschicht“ bezeichnet wurde. Später wurde der Begriff „**smear layer**“ eingeführt. Am Dentin läßt sich ein oberflächlicher und ein in die Dentintubuli gepresster Anteil unterscheiden, dessen Ausdehnung und Beschaffenheit von den verwendeten Präparationsinstrumenten abhängt (Eick et al. 1970, Dippel et al. 1984). Unter klinischen Aspekten ist die Verbolzung der eröffneten Tubuli durch den smear layer als positiv zu bewerten, da sie die Dentinpermeabilität um das bis zu 20fache senkt (Pashley 1984) und damit als biologischer Wundverschluss des Pulpa-Dentin-Systems dient. Durch die Öffnung der Dentinkanälchen nach Entfernung der Schmierschicht wird das physiologische Gleichgewicht des Flüssigkeitsraumes gestört. Da der nach außen gerichtete Flüssigkeitsdruck in den Tubuli eines vitalen Zahnes ca. 30 mm Hg über dem des Oberflächendruckes liegt, strömt der Dentinliquor nach außen (Brännström 1984). Die Odontoblastenfortsätze werden in die Dentinkanälchen gezogen (Odontoblastenaspiration). Über diesen hydrodynamischen Prozess können aufgrund einer Permeabilitätserhöhung des Dentins Schmerzen ausgelöst werden (Brännström und Aström 1972, Schaller et al. 1991). Die Permeabilität beruht auf Diffusion durch Konzentrationsunterschiede beziehungsweise auf Konvektion durch Druckgradienten (Pashley 1989). So beeinflussen die Flüssigkeitsbewegungen, Chemikalien (plastisch eingebrachte Restaurationswerkstoffe – Zemente und Kunststoffe) und Bakterien das Pulpa-Dentin-System. Diese hydraulische Leitfähigkeit, d. h. das Flüssigkeitsvolumen, das pro Zeiteinheit durch ein bestimmtes Gebiet unter bestimmten Druckverhältnissen transportiert wird, ist nach der Entfernung des smear layer um den Faktor 32 höher als bei ihrer Beibehaltung (Schaller et al. 1991).

Aus adhäsionstechnischer Sicht stellt der smear layer allerdings eine Trennschicht zwischen dem zu applizierenden Werkstoff und der Zahnhartsubstanz dar (Goldmann et al. 1984), da er die initiale Abdichtung erschwert und während der Gebrauchsperiode aufgrund seiner chemischen und mechanischen Instabilität mit seiner Auflösung zu rechnen ist. Toxine vermag er ebenfalls nicht abzuhalten (Johnsen und Brännström 1976). Der Grat zwischen optimaler mikromechanischer Verankerung, einschließlich Haftwertsteigerung versus Erhöhung der Dentin-permeabilität nach Säurekonditionierung, ist dementsprechend schmal und wird sehr kontrovers diskutiert (Richter 1990). Im Falle des Dentins als vitales Gewebe ist grundsätzlich Biokompatibilität der Präparate zu fordern (Welker et al. 1986). Nach Brännström und Nyborg (1973), Johnsen und Brännström (1976), Brännström 1984 und Klötzer (1989) sind nach Säureeinwirkung auf das Pulpa-Dentin-System keine direkten Pulpaschäden zu erwarten. Säuren können allerdings durch die Entfernung des smear layer über eine Permeabilitätserhöhung für Bakterien, deren Toxine und andere Substanzen indirekt schädigend wirken (Johnsen und Brännström 1976). Das Ausmaß der Monomerdiffusion in die Pulpa wird vor allem durch die Permeabilität des Dentins am Kavitätenboden bestimmt und ist von der Restdentinstärke, dem Sklerosierungsgrad und der Aggressivität der Dentinkonditionierung abhängig (Bouillaguet et al. 1998, Hamid und Hume 1997). Nach Phosphorsäureätzung werden im Allgemeinen stärkere Pulpairritationen beobachtet als mit selbstätzenden Primern (Akimoto et al. 1998, Kitasko et al. 1999, Demarco et al. 2001). Ob durch den Kontakt des Pulpa-Dentin-Systems mit dem Bondingmaterial eine Sensibilisierung (Allergie) ausgelöst werden kann, ist nach Auffassung von Schuurs et al. (2000) ungeklärt. Es gibt Hinweise, wonach Bestandteile von Adhäsiven die Immunreaktion der Pulpa beeinflussen und es dadurch zur Erhöhung der Anfälligkeit gegenüber Noxen kommt (Sandberg et al. 2002). Aber auch bei fehlerhafter Dentinätzung, zum Beispiel durch zu lange Ätzdauer, kann es neben der unzureichenden Haftwirkung durch kollabierte Kollagenfasern zu Hypersensibilisierungsercheinungen kommen. Um der Möglichkeit der fehlerhaften Anwendung von Dentinhaftvermittlern vorzubeugen, wurden selbstkonditionierende Primer entwickelt, die die Schmierschicht belassen, bzw. modifizieren und trotzdem für die notwendige Mikroverzahnung sorgen sollen. Es bestehen also sehr hohe Ansprüche hinsichtlich biologischer Verträglichkeit und optimalem Haftverbund an die heutigen Adhäsiv-Systeme.

### 2.4.3 Klassifizierung der Dentinadhäsive

Eine Systematik der Dentinadhäsive ist schwierig und in der vorliegenden Literatur zum Teil sehr verwirrend, da keine international-einheitliche und anerkannte Klassifizierung existiert (Ernst 2001). Die Adhäsivsysteme können anhand von klinischen Arbeitsschritten, in Bezug auf die Interaktion des Adhäsivs mit dem Dentin, anhand von Generationen, Konditionierungsverfahren, Härtungsmodi und nach Anzahl der verwendeten Applikationsflaschen, bzw. Systemkomponenten (Schäfer 1999, Ernst 2002, Blunck 2004, 2005) eingeteilt werden. Die aktuell auf dem Markt angebotenen Bondingsysteme unterscheiden sich in ihren Strategien, den smear layer aufzulösen beziehungsweise zu entfernen (Haller und Blunck 2003). Erreicht wird dies, indem mit Phosphorsäure-Ätzung im Sinne der Totalätztechnik und mit selbstkonditionierenden Primerlösungen gearbeitet wird. In beiden Gruppen von Bondingsystemen wird angestrebt, die Anzahl der Arbeitsschritte zu reduzieren, um die Anwendung zu vereinfachen.

Die bekannte und übliche **Systematik nach Generationen** (Schäfer 1999, Ernst 2001) bezieht sich während der ersten vier Generationen ausschließlich auf die Entwicklung der Total-Etch-Systeme und schließt die selbstätzenden Systeme nicht mit ein. Deshalb wird seit einigen Jahren auf eine neue Klassifizierung hingewiesen, die die Total-Etch-Technik-Systeme den selbstätzenden Adhäsivsystemen gegenüberstellt (Ernst 2002, Blunck 2005) und sie anhand der Anzahl von Arbeitsschritten, beziehungsweise Systemkomponenten und der Interaktion des Adhäsivs mit dem Dentin vergleicht.

- **Adhäsive der ersten Generation**

Die ersten Adhäsive erschienen etwa im Jahre 1965 und sind heute nicht mehr erhältlich. Sie sollten die präparationsbedingte Schmierschicht mit Hilfe von Glycerophosphorsäure entfernen und mit Cyanoacrylat, Polyurethan und anderen Substanzen eine chemische Bindung am Dentin erreichen (Bowen 1965). Die vermuteten Haftungsmechanismen erwiesen sich allerdings im Mundhöhlenmilieu als nicht hydrolysebeständig (Harris et al. 1974, Aasen 1990, Charlton 1996).

- **Adhäsive der zweiten Generation**

Ca. 20 Jahre später wurde eine nächste Generation vorgestellt, die grundsätzlich den Erhalt der Schmierschicht anstrebte, um dann eine chemische Anbindung zu

organischen oder anorganischen Bestandteilen des Dentins zu erzielen (Asmussen 1994). Diese Adhäsivgeneration unterscheidet sich außerdem von solchen, die eine Phosphatesterbindung anstreben bzw. die durch Polyurethanbindungen agieren. Alle klinischen Ergebnisse waren sehr unbefriedigend (Davidson und De Gee 1984, Eliades und Vougiouklakis 1989).

- **Adhäsive der dritten Generation**

Gemeinsam ist den Adhäsiven dieser Generation, dass sie entweder die Schmierschicht vollständig entfernen oder sie mit geeigneten Substanzen modifizieren (Retief 1991). Das hydrophile Dentin musste auf hydrophob umgestellt werden, um eine Bindung an apolare Bonding-Materialien zu ermöglichen. Dies geschah durch die Aufteilung des „Klebevorganges“ in mehrere Einzelschritte. Nach der säurebasierten Dentinkonditionierung infiltrieren hydrophile Monomere der Primerlösung mit ihren polaren Gruppen die freiliegenden Dentinstrukturen und verbinden sich mit dem nachfolgend applizierten apolaren Bonding (Charlton 1996). Bestehend aus drei Einzelkomponenten (1. Cleanserreagens enth. 17 % EDTA [Ethyldiamintetraacetat]; 2. Primerreagens enth. 35 % HEMA [Hydroxyethylmethacrylat] und 5 % Glutaraldehyd; 3. Sealerreagens enth. 55 % Bis-GMA [Bisphenol-A-Glycidylmethacrylat] und 45 % TEGDMA [Triethylenglycol-Dimethacrylat]), die nacheinander eingesetzt werden mussten, wurde Gluma (Heraeus Kulzer, damals Bayer) als eines der ersten wirksamen Adhäsivsysteme auf dem Dentalmarkt angeboten. Das Adhäsivsystem Syntac classic (Vivadent) repräsentierte im Jahre 1990 als weiteres System diese Generation und stellt noch heute den „Gold-Standard“ der Adhäsivtechnik dar, an dem sich alle Neuerscheinungen messen müssen. Der Schmelzrand der Kavität wird konventionell mit 30-40 %iger Phosphorsäure geätzt, während die Dentinkonditionierung mit Hilfe von schwächeren Säuren, bei Syntac classic mittels 4 %iger Maleinsäure, erfolgt. Diese sind in der Lage, den smear layer zu entfernen oder in seiner Struktur zu verändern und die anorganischen Phosphate und Hydroxylapatit oberflächlich aus dem Dentin zu lösen (Haller 1992b, Schmidt 1997). Im Gegensatz zur Phosphorsäure werden diese Konditionierungsagenzien nicht abgespült. Bei Syntac classic werden die Dentinkonditionierung und das Dentinpriming zusammengefasst. Solche Systeme werden als **dentinkonditionierende Primer** bezeichnet, die die Schmierschicht modifizieren und das Dentin oberflächlich demineralisieren. Die im Primer enthaltenen kurzkettigen amphiphilen Moleküle, wie HEMA oder TEGDMA,

imprägnieren die entstandenen Hohlräume und den smear layer, dessen Bestandteile beim Verblasen des Primers wieder auf das Dentin und auch in die Dentintubuli ausfallen (Nakabayashi et al. 1992a, Nakabayashi und Takarada 1992, Sano et al. 1999) und in die Verbundzone mit einbezogen werden. Daraufhin kann das applizierte Adhäsiv oder sog. Bonding, welches bifunktionelle, ungefüllte und somit gut fließfähige Bis-GMA- (Bisphenol-A-Glycidylmethacrylat; = Bowen-Monomer), TEGDMA- oder UDMA-Composite (Urethan-Dimethacrylat) enthält, als Bindeglied zwischen dem hydrophilen Primer und dem hydrophoben Composite agieren (Blunck 1996, Charlton 1996). Die Primermonomere dringen etwa so tief ein, wie das Kollagennetzwerk freigelegt wurde. Die Säurewirkung wird dann durch das Verdunsten des Lösungsmittels und durch die Aushärtung des Bondingmaterials beendet.

- **Adhäsive der vierten Generation**

Ein separates Anätzen der Schmelzränder, vor allem bei kleineren Kavitäten, lässt sich klinisch nicht immer optimal umsetzen, da die Phosphorsäure auch unbeabsichtigt auf Dentinbereiche übertreten kann (Frankenberger et al. 1998a, 1999). Dem Wunsch nach einem simultanen Konditionierungsvorgang beider Hartsubstanzen wurde mit der 4. Generation Folge geleistet. Nach der neueren Einteilung in Gruppen gehören diese Adhäsivsysteme zu den **Total-Etch-Systemen**, die aus den drei klinischen Arbeitsschritten: Etching („Ätzen“), Priming („Grundierung“; „Zündung“) und Bonding („Bündnis“) bestehen. Sie werden als **Drei-Schritt-Systeme/ Mehr-Flaschen-Systeme** bezeichnet. Die klinisch praktikabelste Lösung stellt ein zweistufiges Vorgehen dar: Zuerst erfolgt die Schmelzätzung für ca. 15-30 Sekunden, danach findet die Säureapplikation auf die Dentinareale statt, die aber 10-15 Sekunden Ätzdauer nicht überschreiten sollte, um das empfindliche Kollagennetzwerk nicht zu zerstören (Gwinnet et al. 1992b, Haller et al. 1995, Thonemann et al. 1999). Im Gegensatz zur 3. Generation wird das Dentin nach der Säurekonditionierung mit Wasserspray abgespült, was zur Eliminierung der gelösten anorganischen Bestandteile und der Schmierschicht führt. Eine exzessive nachfolgende Trocknung zur visuellen Beurteilung der nun opak-weißen Schmelzränder kann den Kollagenfasern des Dentins allerdings Feuchtigkeit entziehen. Übertrocknung führt zu einem Kollaps und einer Verklebung der Kollagenfasern (Ciucchi et al. 1997, Blunck und Haller 1999, Dammaschke und Schäfer 2000). Hieraus kann sich durch insuffiziente Monomerpenetration die weiter

oben beschriebene Nanoleakage entwickeln, da durch den Kollagenkollaps eine geringere Penetrationsmöglichkeit für die Primerlösung besteht. Dieses Problem soll das sogenannte „Wet Bonding“ ausschalten, indem die Dentinoberfläche im Sinne einer Wiederbefeuchtung („re-wetting“) mit Wasser behandelt und ein Aufquellen der Kollagenmatrix erreicht werden soll (Tay et al. 1994, Perdigão et al. 1996). Einige Dentinadhäsive erzielen nachweislich auf feuchtem Dentin höhere Haftwerte als auf trockenem (Kanca 1992a, 1992b, Perdigão et al. 1993).

Ein weiterer Nachteil der Total-Etch-Systeme ist die höhere postoperative Sensitivität nach Entfernung des smear layer durch eine Permeabilitätszunahme und Erhöhung der hydraulischen Leitfähigkeit des Dentins. Die Eröffnung der Dentintubuli führt zu einer kontinuierlichen Transsudation von Dentinliquor, so dass es zum Einschluss von wassergefüllten Blasen entlang der Adhäsiv-Grenzfläche vor der Polymerisation des Adhäsivs kommen kann (Tay 2003). Auf der Basis dieser Blasenbildung entsteht während der Kaubewegungen beim Patienten ein Pumpeffekt, der schnelle Flüssigkeitsbewegungen in den Tubuli auslöst, die A-Delta-Nervenfasern im Pulpa-Dentin-Komplex erregt und Schmerzensationen hervorruft.

Der Vorteil der Drei-Schritt-Systeme liegt darin, dass der Primer als dünnfließende benetzende Flüssigkeit allein die Aufgabe hat, in die freigelegten Hohlräume einzudringen und erst durch die anschließende Applikation des etwas visköseren, mitunter auch gefüllten Adhäsivs stabilisiert wird (Tjan et al. 1996, Moll et al. 2002b).

Der Primer muss in der Lage sein, das Wasser aus den Tubuli und den Zwischenräumen des Kollagennetzwerkes zu verdrängen und die Hohlräume mit Monomer auszufüllen. Dafür kommen verschiedene Lösungsmittel zum Einsatz: Die wasserbasierten Produkte können die Kollagenmatrix wieder aufquellen (Tay et al. 1997). Da diese Systeme eine längere Verdunstungszeit benötigen, wurde bei einigen Systemen als Lösungsmittel Aceton verwendet, welches sich durch eine hohe Flüchtigkeit auszeichnet und dem Wasser sozusagen „nachjagt“. Allerdings sind diese Bondings auf Acetonbasis nicht in der Lage, einmal kollabierte Kollagenfasern wieder aufzurichten (Kanca 1992a, Gwinnett 1992b, Haller und Fritzenschaft 1999). Systeme, die Alkohol als Lösungsmittel benutzen, besitzen je nach Wassergehalt „Re-wetting“-Eigenschaften, während die Flüchtigkeit durch den Alkoholgehalt verbessert wird (Blunck et al. 1999).

Bondings werden mit anorganischen Füllkörpern angereichert, um dickere Applikationsschichten zu erhalten und eine elastische Schicht zwischen Composite und Zahnhartsubstanz aufzubauen. Diese soll als Stresspuffer wirken (Van Meerbeek et al. 1994), gleichzeitig die Eigenelastizität des Adhäsivs erhöhen und die Polymerisationsschrumpfung der Composite kompensieren (Blunck und Roulet 1997, Haller 1994).

Die mikromechanische Haftung am Dentin erfolgt bei dieser Generation über die Ausbildung einer intertubulären Hybridschicht, der eine große Bedeutung beigemessen wird (Carvalho et al. 1996, Ferrari et al. 1997, Balooch et al. 1998).

Bei den meisten heute üblichen Bondingsystemen erfolgt die Aushärtung des Adhäsivs, beziehungsweise Primer-Adhäsivs durch Lichtpolymerisation mittels geeigneter Polymerisationslampen. Als Photoinitiator wird meist Campherchinon verwendet. Die Radikale zur Verknüpfung der Primermonomere werden in der Regel bei der Photopolymerisation des Adhäsivs zur Verfügung gestellt (Blunck und Haller 1999).

Spezielle chemisch härtende Adhäsive für autopolymerisierende Aufbau- und Befestigungscomposite werden in dieser Arbeit nicht berücksichtigt. Für die Befestigung von zahnfarbenen und metallischen Restaurationen stehen dualhärtende Adhäsivsysteme zur Verfügung, die sowohl photo- als auch autopolymerisierend sind. Um die Vernetzung der Primermonomere zu begünstigen, wird bei diesen Systemen vor oder nach der Primerapplikation eine Lösung mit Sulfinsäuresalzen aufgetragen.

- **Adhäsive der fünften Generation**

Die Trennung der Komponenten, die exakte Einhaltung der Arbeitsschritte und die teilweise komplizierte Anwendung, veranlasste die Hersteller, benutzerfreundlichere Systeme zu entwickeln, die einzelne Systemkomponenten zusammenfassen und Fehlermöglichkeiten minimieren sollen (Schäfer 1999). Diese Entwicklung zu Ein-Komponenten-Adhäsiven wurde außerdem von der Einführung der Compomere, die werkstoffkundlich modifizierte Composite darstellen, mitbestimmt. Die einzelnen Gemische und Lösungsmittel wurden so aufeinander abgestimmt, dass sie lagerungsstabil wurden und zusammen in einer Lösung/Flasche vorlagen (Hickel 1997). Primer- und Adhäsivmaterial wurden hierbei miteinander vermischt und der Begriff der **Ein-Flaschen-Adhäsive** oder **One-bottle-Adhäsive** geprägt. Diese

Bondingsysteme ergeben in Kombination mit der Total-Etch-Technik die sogenannte **Zwei-Schritt-Applikation** (Etch + Primer/Bond) (Haller 1997, Blunck 2005). Anfangs wurde von den Herstellern empfohlen, das Primer-Adhäsiv-Gemisch in zwei Schichten aufzutragen (**Mehr-Schicht-Applikation**), wobei sie in der ersten Schicht eher als Primer und in der zweiten Schicht eher als Adhäsiv wirkten. Die Anwendung gestaltete sich jedoch nicht wesentlich schneller als mit Mehr-Flaschen-Systemen (Vargas et al. 1995, Haller 1997, Hickel 1997, Reinhardt 1997). Später wurde die Anwendung weiter vereinfacht, indem nach dem Schritt der Total-Etch-Technik nur noch eine Schicht des Bondings appliziert werden muss (**Ein-Schicht-Applikation**). Aus werkstoffkundlicher Sicht ist es aber verständlich, dass die Vereinigung der Eigenschaften Penetrationsfähigkeit und Stabilität im Gegensatz zu Präparaten der Generationen drei und vier einen Kompromiss darstellt, da beide Eigenschaften nicht gleichzeitig repräsentiert sein können (Eick et al. 1997, Frankenberger et al. 1999).

- **Adhäsive der sechsten Generation**

Im Allgemeinen repräsentiert diese Gruppe die **selbststützenden Systeme**, die mit Hilfe saurer Monomere, die Phosphat- oder Carboxylgruppen enthalten (sog. Kondi-Primer), eine mit Phosphorsäure vergleichbare Ätzung auf den Zahnhartsubstanzen erreichen sollen. Dies wird erzielt, indem sie den smear layer entfernen und das Kollagenetzwerk des darunter liegenden Dentins freilegen. Durch die Zusammenfassung von Konditionierung und Priming fällt der separate Ätzschritt im Sinne der Total-Etch-Technik weg, so dass zwei klinische Arbeitsschritte verbleiben: Etching/Priming + Bonding. Im Gegensatz zum mit Phosphorsäure geätzten Schmelz darf ein selbstkonditionierendes Adhäsiv in den Schmelz eingerieben werden, da diese empfindliche Struktur nicht vorab geschaffen wurde, sondern während ihrer Entstehung gleichzeitig mit Primer- bzw. Adhäsivkomponenten durchsetzt wird (Ernst 2001). Simultan zur Freilegung der Kollagenfasern findet die Infiltration mit Monomeren statt, so dass die Demineralisationsfront durch die Säurewirkung identisch mit der Tiefe der eingedrungenen Monomere ist und somit ein ungeschütztes Geflecht gar nicht erst entstehen kann.



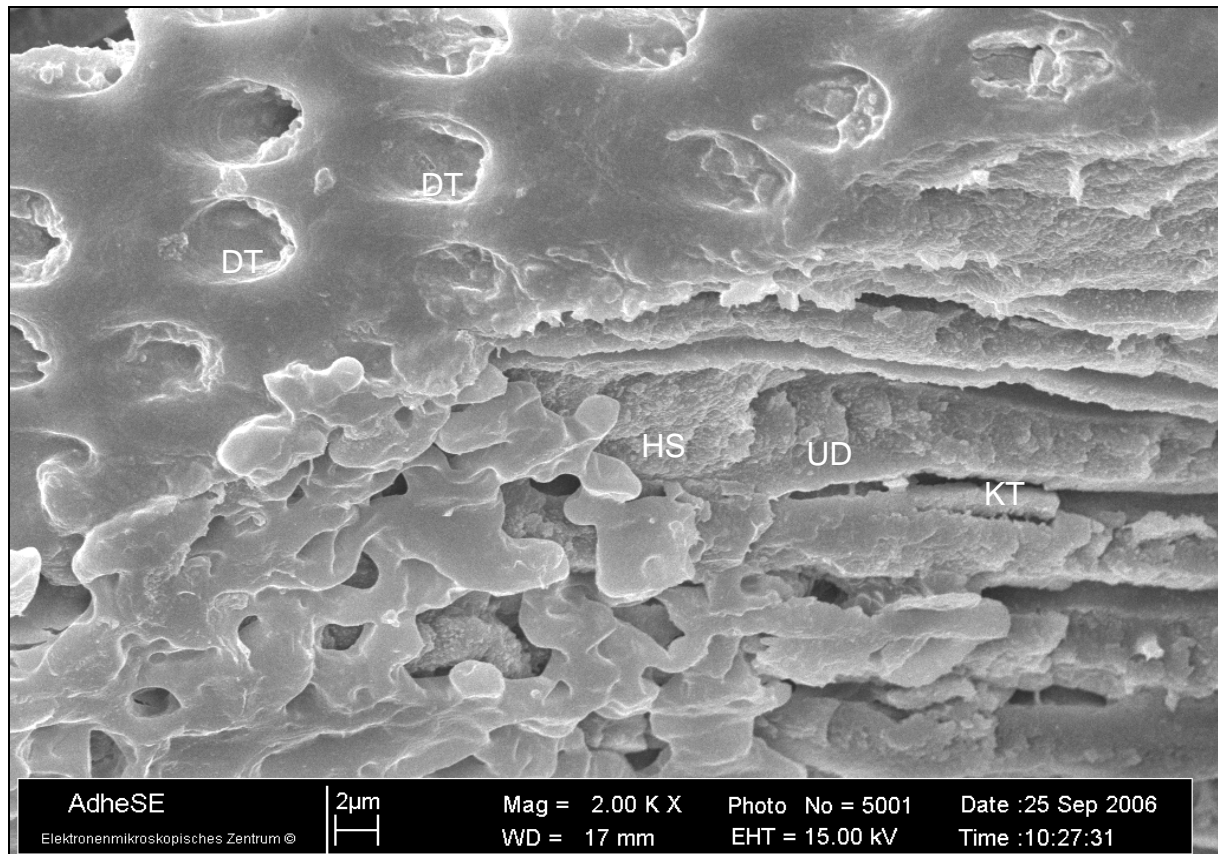


Abb. 3: REM-Aufnahme: Dentin-Bruchfläche nach Behandlung mit selbstkonditionierenden Monomerlösungen (Phosphonsäure bei AdheSE). Der smear layer ist weitgehend aufgelöst, die Dentintubuli sind eröffnet (2000-fache Vergrößerung)  
 DT=Dentintubulus; HS=Hybridschicht; UD=unverändertes Dentin; KT=Kunststofftag im Dentinkanälchen

Die nach diesem Prinzip funktionierenden Adhäsivsysteme können nach Anzahl der Applikationsschritte unterschieden werden (Haller und Blunck 2003). Bei der **Zwei- bzw. Mehrschritt-Applikation** wird zunächst der selbstkonditionierende Primer auf Schmelz und Dentin aufgebracht und im Luftstrom getrocknet, bevor das Adhäsiv aufgetragen und lichtgehärtet wird. Die ersten selbstkonditionierenden Primer mussten wegen der ungenügenden Lagerstabilität der Monomere im sauren Milieu aus zwei Flaschen angemischt werden. Neuere Produkte stellen gebrauchsfertige Primer ohne Anmischen dar, deren Monomere ausreichend hydrolysestabil sind (**Ein-Schritt-Applikation**). Die Belassung der sauren Monomere in der Kavität hat offenbar keine negativen Folgen, da ihre Ätzwirkung durch Neutralisation, Abbruch der Dissoziation durch Verdunsten des Lösungsmittels und Ausbildung der Polymermatrix zeitlich und räumlich beschränkt ist.

- **Adhäsive der siebenten Generation**

Eine weitere Reduzierung der Anzahl der Applikationsflaschen bei den selbstkonditionierenden Primer-Adhäsiven findet sich bei den neuesten auf dem Markt befindlichen Adhäsivsystemen: den **All-in-One-Adhäsiven** oder **Ein-Flaschen-Systemen**. Sie enthalten eine ausgewogene Mischung aus hydrophilen und hydrophoben Monomeren und sind so sauer, dass sie neben ihrer Bonding-Funktion auch die des Ätzmittels und Primers erfüllen. Auch hier erfolgt eine Unterteilung in Adhäsive **mit Anmischen** und in solche **ohne Anmischen**. Bei den zu mischenden Bondingsystemen ist die getrennte Darreichung erforderlich, weil die selbstkonditionierenden Monomere nicht hydrolysestabil sind. Die einfachste Applikationsform findet sich in gebrauchsfertigen selbstkonditionierenden Monomermischungen zur Einmal-Applikation. Um eine optimale Ätzwirkung zu gewährleisten, wird empfohlen, All-in-One-Adhäsive durch leichtes Einreiben in Bewegung zu halten. Dadurch werde eine zu schnelle Neutralisation der Lösung verhindert.

Die folgende Übersicht teilt die in dieser Arbeit untersuchten Dentinadhäsiv-Systeme anhand ihrer Konditionierungsverfahren im Sinne der Total-Etch-Technik und der Self-Etch-Technik sowie anhand der Applikationsschritte nach dem Konditionierungsvorgang ein:

<b>Bondingsysteme in Verbindung mit der Total-Etch-Technik</b>	<b>Schmelz- und Dentinkonditionierende Bondingsysteme</b>
<b>Mehr-Flaschen-Systeme</b> <b>Drei-Schritt-Applikation:</b> Etching, Priming, Bonding	<b>Mehr-Flaschen-Systeme</b> <b>Zwei-Schritt-Applikation:</b> Self-Etch-Primer, Bonding
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Syntac<sup>®</sup> Assortment (Ivoclar Vivadent)</li> <li>• Solobond Plus (VOCO)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• AdheSE<sup>®</sup> (Ivoclar Vivadent)</li> <li>• Optibond Solo<sup>™</sup> plus (Kerr)</li> <li>• Contax (DMG Hamburg)</li> <li>• UniFil<sup>®</sup> Bond (GC)</li> <li>• Xeno<sup>®</sup> III (Dentsply De Trey)</li> </ul>
<b>Ein-Flaschen-Systeme</b> <b>Zwei-Schritt-Applikation:</b> Etching, Priming/Bonding	<b>All-in-One-Adhäsive</b> <b>Zum Anmischen:</b> Self-Etch-Primer/Bonding
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Excite<sup>®</sup> DSC (Ivoclar Vivadent)</li> <li>• Gluma<sup>®</sup> Comfort Bond + Desensitizer (Heraeus Kulzer)</li> <li>• One coat bond (Coltene<sup>®</sup> Whaledent)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Adper<sup>™</sup> Prompt<sup>™</sup> L-Pop<sup>™</sup> (3M ESPE)</li> <li>• ED-Primer II – Panavia<sup>™</sup> F 2.0 (Kuraray)</li> </ul>
	<b>Gebrauchsfertige All-in-One-Adhäsive</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>• iBond<sup>™</sup> Gluma<sup>®</sup> inside (Heraeus Kulzer)</li> </ul>

### 3 Aufgabenstellung

Die vorliegende experimentelle und anwendungsmethodische Arbeit verfolgt das Ziel, verschiedenartige Dentinadhäsiv-Systeme auf ihre Eignung zur Füllungs-therapie und zur adhäsiven Befestigung an der Zahnhartsubstanz Dentin zu untersuchen, auf ihre klinische Verwendbarkeit hinsichtlich relevanter Parameter untereinander zu vergleichen und Empfehlungen für die Praxis abzuleiten.

Um die Produktgruppen einander gegenüberstellen zu können, werden standardisierte Methoden in vitro verwendet. So wird die Haftfestigkeit der Prüfkörper als reine Scherhaftung an planer Dentinoberfläche ohne zusätzliche mechanische Verankerung gemessen sowie eine künstliche Alterung durch Temperaturwechsellast herbeigeführt. Unter Berücksichtigung einer werkstoffkundlichen Systematik der Adhäsive wird eine vergleichende Wertung zwischen und innerhalb bestimmter Adhäsivgruppen (Adhäsivsysteme in Verbindung mit der Total-Etch-Technik und Schmelz- und Dentinkonditionierende Adhäsivsysteme) angestrebt. Ein weiteres Ziel der Untersuchungen besteht darin, die Haftkraft der Adhäsivsysteme in Kombination mit Füllungs- bzw. Befestigungswerkstoffen am Dentin des Rindes mit der des Menschen zu vergleichen.

Bei den Adhäsiven sollen Vertreter verschiedener Applikationstechniken und -abfolgen berücksichtigt werden. So sollen konventionelle, schon länger in Gebrauch befindliche Adhäsive mit selektiver Schmelz- und Dentinätzung mit Adhäsivsystemen der Total-Etch-Technik und Systemen ohne separaten Ätzschritt untersucht werden. Die Systematik der Adhäsivsysteme soll sich in der vorliegenden Arbeit auch nach der Anzahl der einzelnen Komponenten bzw. Flaschen richten. So sollen sogenannte Mehr-Flaschen-Systeme den neuesten Ein-Flaschen-Systemen mit der jeweiligen Konditionierungsmethode der Dentinoberfläche gegenübergestellt werden.

Als repräsentativ für die Bondingsysteme, die in Kombination mit Total-Etch-Technik angewendet werden, sollen die Adhäsivsysteme Syntac<sup>®</sup> Assortment, Solobond Plus, Excite<sup>®</sup> DSC, Gluma<sup>®</sup> Comfort Bond + Desensitizer und One coat bond untersucht werden. Die Self-Etch-Präparate sollen durch die Adhäsive AdheSE<sup>®</sup>, Optibond Solo<sup>™</sup> plus, Contax, UniFil<sup>®</sup> Bond, Xeno<sup>®</sup> III, Adper<sup>™</sup> Prompt<sup>™</sup> L-Pop<sup>™</sup>, iBond<sup>™</sup> Gluma<sup>®</sup> inside und ED-Primer II – Panavia<sup>™</sup> vertreten sein.

Als experimentelle Untersuchungsmethoden sind vorgesehen:

- Scherhaftfestigkeitsprüfung am Rinderdentin nach adhäsiver Füllung und adhäsiver Befestigung
- Scherhaftfestigkeitsprüfung am Rinderdentin mit Opaker als Schicht zwischen Zahnhartsubstanz und Adhäsiv bei adhäsiver Füllung
- Scherhaftfestigkeitsprüfung am Menschendentin nach adhäsiver Füllung und adhäsiver Befestigung
- Scherhaftfestigkeitsprüfung am Menschendentin mit Opaker als Schicht zwischen Zahnhartsubstanz und Adhäsiv bei adhäsiver Füllung
- Scherhaftfestigkeitsprüfung am Rinder- und Menschendentin nach adhäsiver Füllung nach Temperaturwechsellast
- Scherhaftfestigkeitsprüfung am Rinder- und Menschendentin nach adhäsiver Befestigung nach Temperaturwechsellast
- Mikroleakageuntersuchungen mittels Farbstoffpenetration
- pH-Wert-Messungen von Primer- bzw. Primer-Adhäsivlösungen der einzelnen Adhäsivsysteme
- Mikroskopische und elektronenmikroskopische Untersuchungen

Die Argumente zur Wahl dieser Untersuchungsmethoden sind folgende:

Da Füllungen und adhäsiv befestigte Restaurationen vor allem im Seitenzahnbereich Belastungen im Sinne von funktionell-mechanischen, parafunktionellen (Bruxismus), thermischen und chemischen Belastungen ausgesetzt sind, bedarf es besonderer Widerstandsfähigkeit und Kompatibilität der einzelnen Komponenten. Aus diesem Grund werden die Scherhaftfestigkeitsuntersuchungen in mehreren Modifikationen am Dentin durchgeführt. Zunächst werden die initialen Haftfestigkeiten nach 24h Lagerung in physiologischer Kochsalzlösung im Wärmeschränk gemessen.

Zur Simulation der Beanspruchung des Kunststoff-Dentin-Verbundes im Mundmilieu wird an bestimmten Versuchsserien eine thermisch-experimentelle Stressung im Temperaturwechsellastbad (im Folgenden als TWL bezeichnet) vorgenommen.

Durch die Polymerisation der Composite kann es zu partiellen Ablösungen des Dentin-Kunststoff-Verbundes kommen. Randspalten und Undichtigkeiten im Haftverbund, die Folgeschäden verursachen, soll deshalb mit Farbstoffpenetrationstests nachgegangen werden.

Die Fähigkeit der Adhäsive zur Mikrostrukturierung der Zahnhartsubstanzen hängt mit dem Säuregrad bestimmter Komponenten der Adhäsivsysteme zusammen, der deshalb durch pH-Wert-Messungen bestimmt werden soll.

Mikroskopische und rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen sollen unterstützend die Eindringtiefe der Adhäsivkomponenten im Verhältnis zum Säuregrad bildgebend belegen.

Die Einzelergebnisse der jeweiligen Versuchsreihen sollen in einem Mittelwert zusammen gefasst und die absolute und relative Standardabweichung berechnet werden. Der t-Test nach Student dient dem Gruppenvergleich auf Signifikanz. Als Irrtumswahrscheinlichkeit für Signifikanzen wird  $p < 0,01$  festgelegt.

## 4 Material und Methode

### 4.1 Untersuchte Werkstoffe und deren Zubereitung

Die Charakterisierung erfolgt anhand von Angaben der Hersteller (Produktinformationen und Packungsbeilagen).

#### 4.1.1 Adhäsivsysteme

##### 4.1.1.1 Photopolymerisierende Präparate

- **Solobond Plus** (VOCO)

- lichthärtender, zweistufiger Haftvermittler mit selbstkonditionierendem Primer (bei pulpanahem Dentin) oder Total-Etch-Technik

Zusammensetzung: **Primer:** Maleinsäure, Hydrophile Methacrylate (HEMA), polyfunktionelle Monomere, Natrium, Wasser, Aceton

**Adhäsiv:** Hydrophob modifizierte Harzkomponente, HEMA, polyfunktionelle Monomere, Initiatoren, Inhibitoren, Aceton

Indikation: direkte Restaurationen mit selbstkonditionierendem Priming, Befestigung von indirekten Restaurationen

Chargen-Nr.: Primer: 26511, Bond: 26512

Verarbeitung: Total-Etch mit Vococid-Ätzelgel, danach 20 s mit Wasser spülen, Primer 30 s applizieren, verblasen, Adhäsiv 15 s applizieren, verblasen, Lichthärtung: mind. 20 s (Halogenlicht)

- **Gluma<sup>®</sup> Comfort Bond + Desensitizer** (Heraeus Kulzer)

- lichthärtender Einkomponenten-Haftvermittler

Zusammensetzung: Methacrylate, Ethanol, Photoinitiatoren, Glutaraldehyd

Indikation: adhäsive Befestigung direkter Composite-, Polyglass- und Compomer-Restaurationen, adhäsives Befestigen von neuen Amalgam-Restaurationen (Herstellerangabe), adhäsives Befestigen indirekter laborgefertigter Keramik-, Polyglass- und Composite-Restaurationen, Behandlung überempfindlicher Zahnbereiche

Chargen-Nr.: 040049

Verarbeitung: Total-Etch 20 s, abspülen, verblasen, Bonding 15 s applizieren, verblasen, 2 weitere Schichten auftragen, Lichthärtung: 20 s

- **One coat bond** (Coltene® Whaledent)

- lichthärtender Einkomponenten-Haftvermittler
- separate Dentin - oder/und Schmelzätzung

Zusammensetzung: **Coltene Etchant 15** zur Dentinkonditionierung:

Wasser, 15 %ige Phosphorsäure, Verdickungsmittel

**Coltene Etchant Gel S** zur Schmelzkonditionierung:

Wasser, 35 %ige Phosphorsäure, Verdickungsmittel

**Coltene one coat bond:**

Hydroxyethylmethacrylat, Hydroxypropylmethacrylat,  
Glycerindimethacrylat, Polyalkenoat methacryliert,  
Urethandimethacrylat, amorphe Kieselsäure

Indikation: direkte lichthärtende Composite- u. Compomer-Restaurationen,  
Dentinversiegelung,  
Desensibilisierung empfindlicher Zahnhälse,  
Befestigung von Keramik- u. Composite-Restaurationen,  
Haftvermittlung zu anderen Dentalmaterialien (Metalle,  
Amalgam)

Chargen-Nr.: MB 355

Verarbeitung: Dentin- und/oder Schmelzkonditionierung mit dem speziellen Ätzel (15 s/20 s), 20 s abspülen, kurz verblasen, Bonding applizieren (20 s), verblasen, Lichthärtung: 30 s

- **AdheSE®** (Ivoclar Vivadent)

- lichthärtendes, selbstätzendes Zweikomponentenadhäsiv

Zusammensetzung: **Primer:** Dimethacrylate, Phosphonsäure-Acrylat, Initiatoren und Stabilisatoren in wässriger Lösung

**Bonding:** Hydroxyethylmethacrylat (HEMA), Dimethacrylate,  
Siliziumdioxid, Initiatoren und Stabilisatoren

Indikation: direkte lichthärtende Composite-, Compomer- u. Ceromer-Restaurationen

Chargen-Nr.: F 20341

Verarbeitung: Primer-Applikation: mit Brush mind.15 s auf Zahnhartsubstanz einmassieren, Primer 2x auftragen (Gesamteinwirkzeit: >30 s), verblasen, Bondingapplikation mit Brush, verblasen, Lichthärtung: >10 s

- **Optibond Solo™ plus** (Kerr)

- selbstätzender, lichthärtender Haftvermittler mit dualhärtendem Aktivator

Zusammensetzung: Bis-Phenol-A-Bis-(2-Hydroxy-3-methacryloxypropyl) (BIS-GMA), 2-Hydroxyethylmethacrylat (HEMA), Glycerol Dimethacrylat (GDM), Glycerol Phosphat Dimethacrylat (GPDM), Ethanol (ETOH), Silikon-Oxide (TS530), Silikon-Oxide (OX50), Barium Borosilikat (Füller), gelöste Hexafluorosilikate

Indikation: direkte Composite- und Amalgam-Restaurationen, indirekte Anwendung mit Keramik- und Composite-Restaurationen

Chargen-Nr.: 204318

Verarbeitung: selbstätzenden Primer 15 s einmassieren, verblasen, Bonding 15 s einmassieren, verblasen, 2. Bondingschicht auftragen, für indirekte Restaurationen Bonding und Aktivator 1:1 für 3 s vermischen, Lichthärtung: 20 s

- **Contax** (DMG Hamburg)

- lichthärtender, selbstätzender, selbstkonditionierender Haftvermittler

Zusammensetzung: **Contax-Primer:** Wasser, Maleinsäure, Natriumfluorid  
**Contax-Bond:** hydrophile und saure BIS-GMA-basierte Harzmatrix, Katalysator  
**Contax-Aktivator:** hydrophile und saure BIS-GMA-basierte Harzmatrix, Benzoylperoxid

Indikation: direkte lichthärtende Composite-, Compomer- u.Ormocer-Restaurationen, Aktivator verwendbar für chemische/dualhärtende Restaurationsmaterialien



Chargen-Nr.: 506970

Verarbeitung: Primer 20 s auf Kavitätenfläche einmassieren, nicht verblasen,  
bei Verwendung von licht- oder dualhärtenden Materialien  
Contax-Bond 20 s applizieren, verblasen;  
bei Verwendung von chemisch- oder dualhärtenden Materialien  
Contax-Bond und Contax-Aktivator 1:1 vermischen und 20 s  
applizieren, verblasen, Lichthärtung: 20 s

- **UniFil<sup>®</sup> Bond (GC)**

- lichthärtendes, selbstätzendes Bonding-System

Zusammensetzung: **Primer:** 4-Methacryloxyethyltrimellitic Acid (4-META),  
2-Hydroxyethylmethacrylat (HEMA), Ethanol, dest. Wasser  
**Bonding:** 2-Hydroxyethylmethacrylat (HEMA), UDMA,  
TEGDMA, Silizium-Füller, Initiatoren

Indikation: direkte lichthärtende Restaurationen

Chargen-Nr.: 0210121

Verarbeitung: Primer auf Kavitätenfläche 20 s einwirken lassen, verblasen,  
Bonding mittels Applikator auftragen, Lichthärtung: 10-20 s

- **Xeno<sup>®</sup> III (Dentsply De Trey)**

- lichthärtendes, selbstätzendes Ein-Schritt-Adhäsivsystem

Zusammensetzung: **Flüssigkeit A:** 2-Hydroxyethylmethacrylat (HEMA), gereinigtes  
Wasser, Ethanol, Butylhydroxytoluol (BHT), hochdisperses  
Siliziumdioxid

**Flüssigkeit B:** Phosphorsäure-funktionalisierte  
Polymethacrylatharze, bi- und polyfunktionelle  
Methacrylatharze, Butylhydroxytoluol (BHT), Campherchinon,  
4-Dimethylaminoethylbenzoat

Indikation: direkte lichthärtende Composite- und Compomer-  
Restaurationen,  
Reparatur von Frakturen

Chargen-Nr.: 0305001697

Verarbeitung: Mischung der gleichen Menge von Flüssigkeit A und B in einem Dappenglas (5 s durchmischen), Applikation des Adhäsivs auf die Kavitätenfläche (>20 s), Lichthärtung: mind. 10 s

- **Adper™ Prompt™ L-Pop™** (3M ESPE)

- lichthärtendes All-in-One-Adhäsiv

Zusammensetzung: Methacrylate, Phosphorsäure, Wasser

Indikation: direkte lichthärtende Composite- u. Compomer-Restaurationen, zur Reduktion postoperativer Sensibilitäten, zur Fissurenversiegelung

Chargen-Nr.: 156660

Verarbeitung: Aktivierung des Einmalapplikators (Vermischung der vorher getrennten Flüssigkeitsreservoirs), Applikation auf Zahnhartsubstanz mind. 15 s, verblasen, Lichthärtung: 10 s

- **iBond™ Gluma® inside** (Heraeus Kulzer)

- lichthärtendes, selbstkonditionierendes Einkomponenten-Adhäsiv

Zusammensetzung: Aceton-Wasser-basierte Lösung von lichtaktivierbaren Methylat-Monomeren und Glutaraldehyd

Indikation: adhäsive Befestigung von Composite-Füllungsmaterialien, adhäsive Befestigung von Restaurationen, Dentinversiegelung vor Amalgamanwendung, Desensibilisierung empfindlicher Zahnbereiche

Chargen-Nr.: 010048

Verarbeitung: Adhäsiv 30 s mit Brush einmassieren, verblasen, 2 weitere Schichten auftragen, Lichthärtung: 20 s

#### 4.1.1.2 Dualhärtende Präparate

- **Syntac® Assortment** (Ivoclar Vivadent)

- dualhärtendes Mehrkomponenten-Adhäsivsystem in Verbindung mit Composite

Zusammensetzung: **Primer:** Polyethylglycoldimethacrylat, Maleinsäure, Keton in wässriger Lösung

**Adhäsiv:** Polyethylglycoldimethacrylat, Glutaraldehyd in wässriger Lösung

**Heliobond:** Bis-GMA, Triethylenglycoldimethacrylat

Indikation: dualhärtendes Adhäsivsystem in Verbindung mit Composites

Chargen-Nr.: G03499

Verarbeitung: Total-Etch 30 s , spülen, verblasen, Primer 15 s einmassieren, verblasen, Adhäsiv 10 s einmassieren, Heliobond applizieren, verblasen, Lichthärtung: 20 s

- **Excite<sup>®</sup> DSC** (Ivoclar Vivadent)

- dualhärtendes, gefülltes Einkomponentenadhäsiv

Zusammensetzung: 2-Hydroxyethylmethacrylat (HEMA), Dimethacrylate, Phosphonsäureacrylat, Hochdisperses Siliziumdioxid, Initiatoren in alkohol. Lösung, Stabilisatoren in alkohol. Lösung

Indikation: direkte und indirekte Restaurationen

Chargen-Nr.: E38825

Verarbeitung: Total-Etch (37 %ige Phosphorsäure) 15-30 s auf Schmelz, 10-15 s auf Dentin, Gel 5 s mit Wasser abspülen, Excite mind. 10 s mit Vivadent-Applikator auf Schmelz/Dentin einmassieren, verblasen;

bei indirekten Restaurationen keine Lichthärtung erforderlich, bei direkten Restaurationen mit selbst- oder dualhärtenden Materialien nach Auftragen des Adhäsivs lichthärten (mind. 5 s);

bei direkten Restaurationen mit rein lichthärtenden Materialien erst nach Applikation des Füllungswerkstoffes in der Kavität nach Herstellerangaben lichthärten

- **ED-Primer II – Panavia<sup>™</sup> F 2.0** (Kuraray)

- dualhärtender, selbstkonditionierender Haftvermittler

Zusammensetzung: MDP Phosphorester-Monomer, HEMA, Salicylsäurederivat (5-NMSA), polymerisationsunterstützende Substanz

Indikation: Befestigung von indirekten Restaurationen

Chargen-Nr.: Liquid A: 00173A, Liquid B: 00055A  
 Verarbeitung: Liquid A und B 1:1 vermischen, 60 s auf der Kavitätenfläche applizieren, kurz verblasen, Panavia F-Paste 1:1 mischen und auf Restaurationsmaterial aufbringen, Restauration in Kavität, bzw. auf Zahnstumpf aufbringen, Überschüsse entfernen, Lichthärtung: 20 s

#### 4.1.2 Füllungs- und Befestigungscomposites

Folgende, jeweils vom Hersteller empfohlene stopfbare Composite bzw. niedrigvisköse Composite zur Befestigung wurden mit den Adhäsivsystemen kombiniert:

<u>Füllungscomposite:</u>	<u>Adhäsivsystem:</u>
<b>Arabesk Top</b> (VOCO) Chargen-Nr. : 20766 (A3)	Solobond Plus
<b>Ecusit-Composit</b> (DMG) Chargen-Nr.: 02190089 (C3)	Contax
<b>Esthet X™</b> (Dentsply De Trey) Chargen-Nr.: 0305002284 (A3)	Xeno® III
<b>Filtek™ supreme</b> (3M ESPE) Chargen-Nr.: 3910A3B	Adper™ Prompt™ L-Pop™
<b>Gradia Direkt</b> (GC) Chargen-Nr.: 0304021	UniFil® Bond
<b>Synergy</b> (Coltène Whaledent) Chargen-Nr.: MD739 (A3)	One coat Bond
<b>Tetric ceram</b> (Ivoclar Vivadent) Chargen-Nr.: D 54812/ F 55945	Excite® DSC, Syntac® Assortment, AdheSE®
<b>Venus™</b> (Heraeus Kulzer) Chargen-Nr.: 050100 (A3)	iBond™ Gluma® inside, Gluma® Comfort Bond + Desensitizer
<b>Point 4</b> (Kerr) Chargen-Nr.: 910 B42 (B1)	Optibond Solo™ plus

Befestigungscomposite:

**Nexus** (Kerr)

Chargen-Nr.: Basis 112694,

**Panavia™ F 2.0** (Kuraray Co., LTD.)

Chargen-Nr.: A+B-Paste 00002A

**PermaCem® Smartmix Dual**  
(DMG)

**Sinfony®** (3M ESPE)

Chargen-Nr.: 134083

**Twinlook Cement** (Heraeus Kulzer)

Chargen-Nr.: Base+Cat 039

**Variolink® II** (Ivoclar Vivadent)

Chargen-Nr.: F 54967

**Bifix DC** (VOCO)

Chargen-Nr.: Basis U 23679

Adhäsivsystem:

Optibond Solo™ plus

ED-Primer II

Contax

Adper™ Prompt™ L-Pop™

iBond™ Gluma® inside, Gluma® Comfort  
Bond + Desensitizer

Excite® DSC, Syntac® Assortment

Solobond Plus

#### 4.1.3 Weitere Werkstoffe und Hilfsmittel

**Axiotech** (Zeiss): Mikroskop

Verwendung: Untersuchung der durch Säure eröffneten Dentintubuli mittels differenziellem Indifferenzkontrast in 200-facher Vergrößerung

**Diamantierte Trennscheibe** (Komet): Scheibendicke: 0,30 mm,

Durchmesser: 1,8 cm

Verwendung: zur Trennung von Zahnwurzel und Zahnkrone im Zahnhalsbereich unter Wasserkühlung

**Elipar® Highlight** (3M Espe): Halogenlichtlampe (2-Step- und Standardprogramm),

Lichtleistung: ca. 800 mW/cm,

Wellenlänge: 400-500 nm, 230 V, 0,65 A, 50/60 Hz

Verwendung: zur Photopolymerisation von Composites

Chargennummer: 3805125

**Gradia** (GC): Opaker-Kunststoff, Farbe OB2

Verwendung: zur Versiegelung der Bondingsysteme

Chargennummer: 0005151

**Isotone Kochsalzlösung** (Braun): 0,9 %ige physiologische Kochsalzlösung

Verwendung: zur Lagerung der Rinder- und Menschenzähne in physiologischem Milieu

Chargennummer: 5033 A63

**Kallocryl**<sup>®</sup> (Speiko): autopolymerisierender Kunststoff (Kaltpolymerisat auf MMA/PMMA-Basis)

Verwendung: zur Einbettung und Fixierung von Rinder- und Menschenzähnen in einer Form aus additionsvernetztem Silikon

Chargennummer: 10127

**Leo 1450 VP** (Zeiss): Rasterelektronenmikroskop des Elektronenmikroskopischen Zentrums in Jena

Verwendung: Untersuchung der Säureätztiefe in Dentinstrukturen

**Methylenblaulösung** (Hollborn): 0,005 % gebrauchsfertig aus der Apotheke

Verwendung: Farbstoffpenetrationstest (Mikroleakage)

Chargennummer: 0606

**Phoenix BETA** (Wirtz): Nassschleifgerät mit Korundpapier der Körnung 600

Verwendung: zur Bearbeitung der Vestibulär-, Mesial- und Distalflächen der Rinderzähne unter Wasserkühlung

**Schleifpapier** (KWb): Korundbeschichtetes Papier, Körnung 600

Verwendung: zur Entfernung verbliebener Kunststoffreste vom Dentin, Substanzabtrag ca. 0,1 mm

**Siliseal** (Heraeus Kulzer): Kunststoff-Haftsilan für Silicoater MD-Verfahren

Verwendung: zur Silanisierung der Objektträger aus Glas

Chargennummer: 040048

**Sinfony**<sup>™</sup> **Opaquer Liquid** (3M ESPE): Opaker-Flüssigkeit

Indikation: zum Ausgleich von minimalen Defekten beim Entfernen des Messingringes von der Dentinoberfläche (nach Füllung mit Composite)

Chargennummer: 176941

**Vococid®** (VOCO): 37 %ige Phosphorsäure

Indikation: Säure-Ätz-Technik an Schmelz/Dentin

Chargennummer: 00895

**Wassermann HSS 88**: Nasstrimmer

Verwendung: zur Bearbeitung der in Kallocryl eingebetteten Prüfkörper unter Wasserkühlung

**Willytec Haake DC 10**: Temperaturwechselbad zwischen 5 °C und 55 °C

Verwendung: zur künstlichen Langzeitalterung der Prüfkörper

**WTB** (Binder): Wärmeschrank mit einer Temperatur von 37 °C ± 2 °C

Verwendung: zur Systemstabilisierung für einen Tag unter nachgeahmten physiologischen oralen Temperaturen

**Zwick/Roell**: Universalprüfmaschine Typ: KAD-Z

Verwendung: zur Scherhafterfestigkeitsprüfung

## **4.2 Herstellung der Prüfkörper**

### **4.2.1 Prüfkörper für die Untersuchungen der Scherhafterfestigkeit am Dentin**

Die Scherhafterfestigkeit wurde sowohl am Dentin von Rinderzähnen als auch an Menschenzähnen gemessen.

Vom Rind wurden ausschließlich Frontzähne des Oberkiefers verwendet, da diese in ausreichender Anzahl vorhanden sind und in ihren chemischen, physikalischen, mechanischen und biologischen Eigenschaften denen menschlicher Zähne weitgehend gleichen (Pantke et al. 1971, Nakamichi et al. 1983, Gente et al. 1985, Esser et al. 1989). Das Alter der Rinder lag bei ca. 2-2,5 Jahren. Vom Menschen wurden auch Prämolaren und Molaren verwendet, um eine genügende Zahl an Zähnen vorzufinden. Außerdem unterschieden sich die Ergebnisse zwischen Front- und Seitenzähnen nicht signifikant.

Nach der Tötung der Rinder wurden die Oberkieferanteile inklusive Zahnreihen abgetrennt und eingefroren. In diesem Zustand konnten sie gut in horizontaler Richtung mit einer elektrischen Säge zerteilt werden, wodurch sich die Lösung der Zähne aus dem Zahnhalteapparat mit Skalpell und Zange leichter gestaltete und auch gleich ein Teil der Zahnwurzeln separiert wurde.

Danach wurden die Zähne gründlich gesäubert, die Wurzelhaut entfernt und in einer Mischung aus destilliertem Wasser und physiologischer Kochsalzlösung zwischengelagert.

Die Trennung von Zahnkrone und -wurzel erfolgte bei allen Zähnen mit einer diamantierten Trennscheibe (Firma Komet, d=0,3 mm, Ø=1,8 cm) im KaVo-Handstück unter ständiger Wasserkühlung. Weiterhin wurde die Kronenpulpa aus ihrem Kavum mit einer Pinzette entfernt.

Um eine quadratische Form der Zahnkronen zu erhalten, wurden sie zusätzlich mesial und distal mit einem wassergekühlten Trimmer planparallel gekürzt. Mit ihrer vestibulären unbearbeiteten Fläche wurden die Kronenabschnitte in eine Silikonhohlform der Größe 20 mm x 20 mm x 8 mm gelegt und mit Kallocryl-Kunststoff ausgegossen. Dadurch waren die Kronen in einspannbaren und gleichgroßen Blöcken fixiert (Abb. 4).

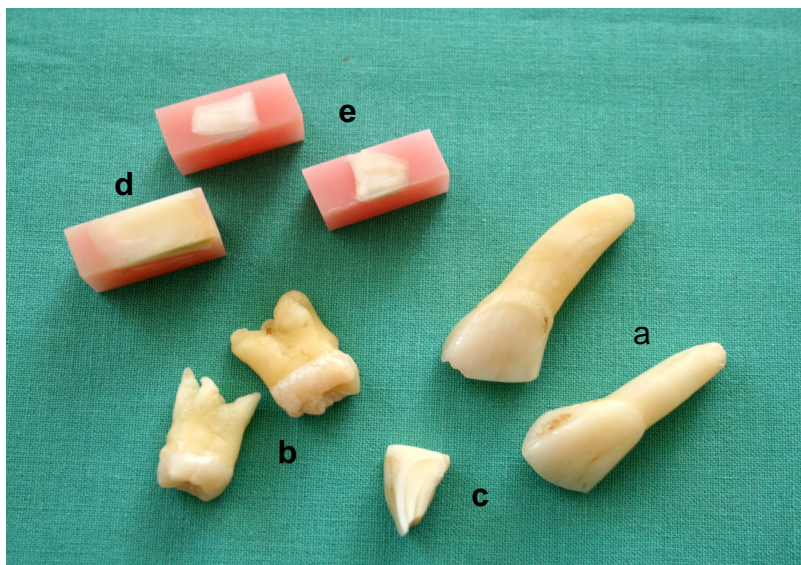


Abb. 4: Phasen der Prüfkörperherstellung für Scherhaftfestigkeitsprüfungen an Rinder- und Menschenzähnen

- a) vollständige Rinderzähne (Frontzahnbereich) b) vollständige Menschenzähne (Seitenzahnbereich)  
c) eingekürzte Zahnkrone d) in Kunststoff eingebetteter Rinderzahn mit vestibulärer Dentinoberfläche  
e) in Kunststoff eingebettete Menschenzähne mit vestibulärer Dentinoberfläche

Der Zahnschmelz wurde bei den Rinderzähnen vestibulär und bei den Menschenzähnen zusätzlich an den oralen, distalen und mesialen Flächen mit einem Nassschleifgerät und Korundpapier der Körnung 600 entfernt.

#### 4.2.1.1 Füllungsmethode

Zur Herstellung der direkten Restauration auf der Dentinoberfläche wurde ein Messingring mit einem Durchmesser von 5 mm und einer Höhe von 2 mm als



Formhilfe benutzt. Vorher wurden die einzelnen Adhäsivsysteme nach Herstellerangaben auf das Dentin aufgetragen.

Während der Messingring mit einer Pinzette auf der Zahnfläche fixiert wurde, konnte mit einem Füllspatel das herstellerspezifische Composite in ihn eingebracht werden.

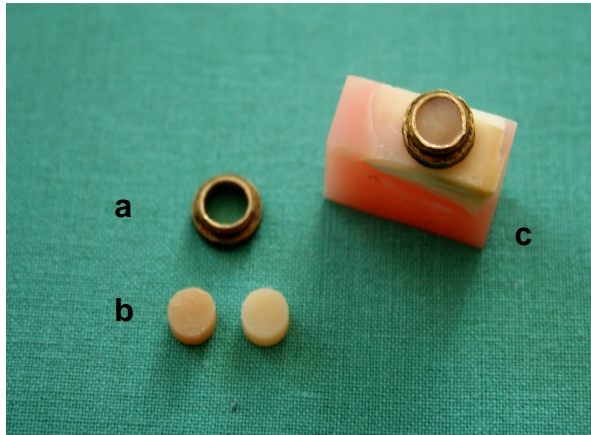


Abb. 5: Prüfkörperherstellung mit Messingring als Formhilfe zur adhäsiven Füllung



Abb. 6: adhäsiv gefüllter, bzw. befestigter Prüfkörper nach Entfernung der Formhilfe

- a) Messingring
- b) polymerisierte, bzw. abgescherte Composite-Zylinder
- c) aufpolymerisierter Composite-Zylinder auf Dentinoberfläche

Nachdem das Material gehärtet war, konnte der Messingring vorsichtig mit einer Zange entfernt werden. Da die Polymerisation des eingebrachten Kunststoffes am unteren Rand und seitlich des Messingringes durch Lichtdefizit in geringerem Maße stattfindet, wurde der entstandene Composite-Zylinder am Basisrand mit Opakerflüssigkeit (Sinfony™ Opaquer Liquid) bestrichen, diese verblasen und nochmals 40 s lichtgehärtet. So wurden außerdem mögliche kleine Defekte des Kunststoffes beim Abnehmen des Messingringes ausgeglichen.

In einer weiteren Variante der Füllungsmethode wurde das auf die Zähne aufgebraute Bonding zunächst mit einem Opaker-Kunststoff (Gradia Direkt) in dünner Schicht versiegelt. Der Opaker wurde im Lichthärteofen Dentacolor XS 40s polymerisiert und später das Füllungscomposite, wie weiter oben beschrieben, in den Messingring eingebracht.

Für jede Art des adhäsiven Verbundes bzw. jede Werkstoffkombination wurden mindestens 15 Prüfkörper hergestellt.

#### **4.2.1.2 Befestigungsmethode**

Zur Untersuchung der Scherhaftfestigkeit von indirekt befestigten Restaurationen wurden die Kunststoff-Zylinder, die durch die Füllungsmethode im Ring entstanden und nach der Scherprüfung vorlagen, verwendet.

Die verschiedenen Bondingsysteme wurden nach Herstellerangaben auf die konditionierte Dentinoberfläche aufgetragen. Danach wurden die zur Verbesserung der Haftung korundgestrahlten Composite-Zylinder mit den produktspezifischen Befestigungscomposites dünn beschichtet, mit einer Pinzette auf die Oberfläche des Dentins gedrückt und der an den Rändern überschüssige Kunststoff mit einem Spatel entfernt. Darauf folgte 40 s Lichthärtung mit Halogenlicht Elipar<sup>®</sup> Highlight.

#### **4.2.2 Prüfkörper für die Untersuchungen des Randspaltes (Mikroleakage)**

Für diese Prüfung wurden in PMMA-Kunststoff eingebettete Zähne vom Rind verwendet (vgl. 4.2.1.). Um das Eindringen der 0,005 %igen Methylenblaulösung genau beobachten zu können, wurden Glasobjektträger benutzt (1,3 cm x 2,5 cm). Sie wurden mit Aceton entfettet und mithilfe des Silicoater-Verfahrens (Heraeus Kulzer) konditioniert.

Zwischen dem Glas und den organischen Gruppen des Bondingmaterials gelingt dabei eine chemische Verbindung durch Kombination von Silikatisierung und anschließender Silanisierung mit einem bifunktionellen Haftsilan. Durch die Pyrolyse mittels Propan-Luft-Flamme bei 1200-1500 °C entsteht eine ca. 50-80 nm dicke Siliziumoxidschicht auf der Glasplattenoberfläche. Die Anbindung der Dimethacrylatgruppen des Befestigungscomposites erfolgt durch die Polymerisationsreaktion über Methacrylatgruppen des Alkoxysilans.

Auf die nach Herstellerangaben konditionierten Dentinoberflächen wurde stets das dünnfließende Befestigungscomposite Sinfony<sup>™</sup> aufgebracht. Die Objektträger wurden mit ihrer silanisierten Seite aufgelegt und 90 s lichtgehärtet (Dentacolor XS). Um den Methylenblaufarbstoff an definierter Stelle eindringen zu lassen, wurde eine ca. 1 mm dicke Dentinschicht im inzisalen Bereich des Zahnes nicht von der Glasplatte bedeckt. Der Farbstoff konnte an dem dafür vorgesehenen, nicht durch die Glasplatte abgedichteten kleinen Spalt an der Inzisalkante in das Dentin eindringen und so den Zahn in Richtung Cervix durchlaufen. Die Abdichtung der

Objektträger an den Stellen, wo kein Farbstoff eindringen sollte, erfolgte ebenfalls mit Sinfony™ und anschließender Lichthärtung (Abb. 7).

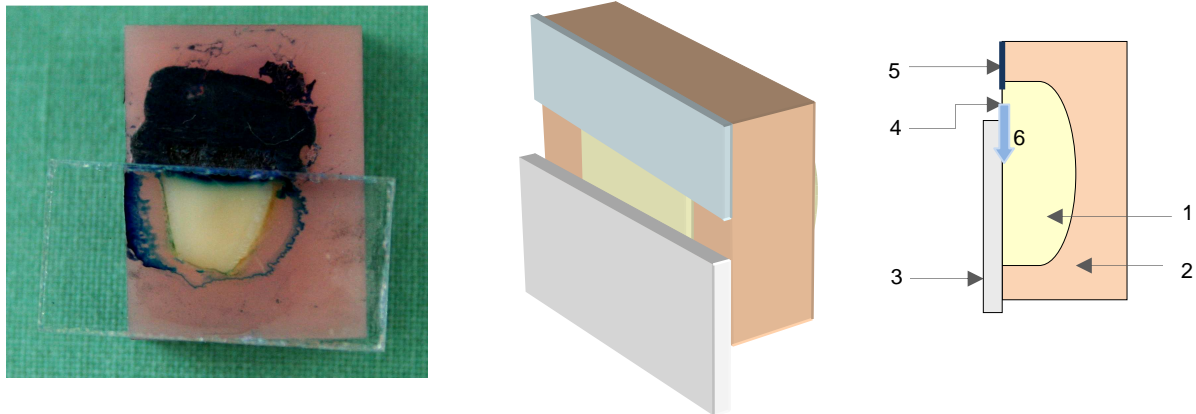


Abb. 7: Prüfkörper der Mikroleakage-Prüfung

1) eingebetteter Zahn 2) PMMA-Kunststoff 3) silanisierte Glasplatte 4) Eintrittsstelle für Farbstofflösung 5) Compositeabdichtung 6) Eindringrichtung des Farbstoffes

## 4.3 Untersuchungsmethoden

### 4.3.1 Scherhaftfestigkeit am Dentin

Die durch Füllung oder Befestigung hergestellten zylinderförmigen Compositekörper auf den Dentinflächen der Rinder- bzw. Menschenzähne wurden mit einer Universalprüfmaschine abgeschert.

Dafür wurden die quadratischen Zahnblöcke bewegungssicher so in einer Abschervorrichtung fixiert, dass der Stempel im 90°-Winkel zur Zahnoberfläche auf den Zylinder aus Kunststoff traf.

Die Prüfmaschine bewegte mit einer Vorschubgeschwindigkeit von  $v=0,5$  mm/min einen im Querschnitt rechteckigen Druckstempel. Dieser trennte den Kunststoff-Zylinder mit einem unterschiedlichen Kraftaufwand parallel zur Dentinoberfläche ab.

Die Scherhaftfestigkeit errechnet sich aus dem Quotient von aufgewendeter Kraft (in Newton) zur Haftfläche (jeweils 20 mm<sup>2</sup>) und wird in MPa angegeben.

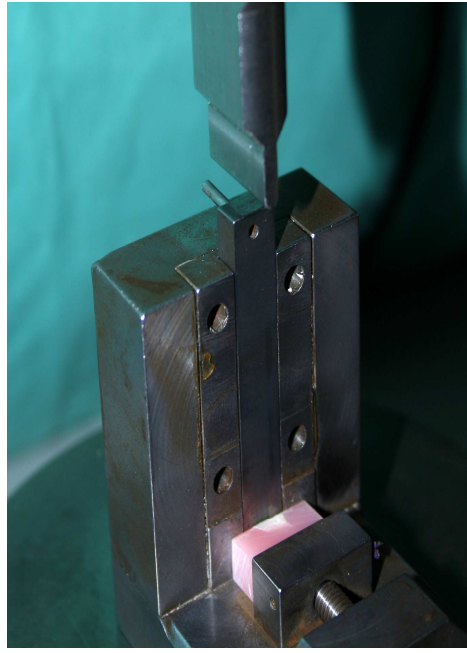
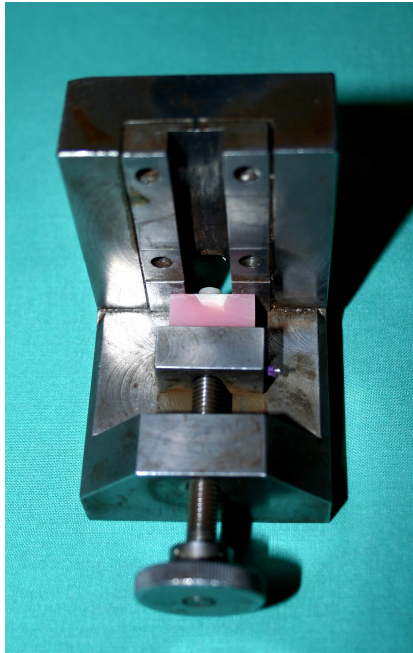


Abb. 8 und 9:  
Versuchsanordnung  
bei der  
Scherhaftfestigkeits-  
Prüfung an der  
Universalprüfmaschine  
Zwick

Die mittels Ringfüllung mit und ohne Opakerzwischenschicht und die durch die Befestigung eines Composite-Zylinders entstandenen Prüfkörper lagerten vor der Scherhaftfestigkeitsprüfung a) 24h in physiologischer Kochsalzlösung im Wärmeschrank bei 37 °C, um eine Systemstabilisierung zu gewährleisten. Vor dem Abschervvorgang wurden die Zähne kurz abgetrocknet. Die menschlichen Zähne, die in wesentlich geringerer Anzahl vorhanden waren und zum Vergleich mit den Rinderzähnen dienten, wurden mit 3 ausgewählten Adhäsivsystemen im Fall der Befüllung untersucht und im Fall der Befestigung mit allen für die Befestigung geeigneten Adhäsiven.

In weiteren Serien erfolgte die Scherhaftfestigkeitsprüfung b) erst nach künstlicher Alterung von Prüfkörpern, die durch adhäsive Füllung oder Befestigung hergestellt worden waren. Zunächst erfolgte auch hier eine Systemstabilisierung im Wärmeschrank für 24h. Daran schloss sich die künstliche Alterung in einem Temperaturwechselbad an: 25.000 Zyklen mit einer Verweildauer von jeweils 15 s bei 5 °C und 55 °C. Damit sollte die Langzeitbelastung der Verbunde in der Mundhöhle simuliert werden. Für diese Versuchsvariante standen bei den Rinderzähnen pro getestetem System jeweils 10 Prüfkörper zur Verfügung. Bei den Menschengzähnen wurden für die adhäsive Füllung 3 Systeme (Syntac Assortment, Gluma Comfort Bond + Desensitizer, iBond) ausgewählt.

#### **4.3.2 Mikroleakageuntersuchungen (Farbstoffpenetrationstests)**

Das Abdichtungsvermögen der Adhäsivsysteme am Dentin konnte durch die Glasplatte als Sichtfenster auf der vestibulären Seite der Rinderzähne als Verfärbungsgrad und Eindringtiefe des Farbstoffes nach 16h, 24h, 40h und nach 48h beurteilt werden. Zwischenzeitlich befanden sich die Prüfkörper im Wärmeschränk bei 37 °C. Zu den jeweiligen Messungen wurden sie mit Wasser abgespült und abgetrocknet. Der Verfärbungsgrad wurde visuell beurteilt sowie die Eindringtiefe in mm vermessen. Es wurden jeweils zwei Versuchsreihen durchgeführt.

#### **4.3.3 pH-Wert-Messungen**

Zur Bestimmung des Säuregrades der verschiedenen Lösungen der Adhäsive wurden Lackmuspapierstreifen verwendet, die dann mit der Farbskala der Kontrollfarben verglichen wurden. Hierbei wurden pro Werkstoffsystem jeweils fünf Messungen durchgeführt. Mikroskopische und rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen wurden unterstützend zur Bestimmung der Eindringtiefe der sauren Adhäsivkomponenten verwendet, um das Verhältnis zum Säuregrad bildgebend zu belegen und relevante Dentinstrukturen darzustellen.

## 5 Ergebnisse

### 5.1 pH-Wert-Messungen

Das Diagramm 10 gibt den mittleren Säuregrad der Adhäsivsysteme wieder. Die Zahlenwerte und Ergebnisse der Signifikanztests sind in den Tabellen 1 und 13 im Tabellenanhang zu finden.

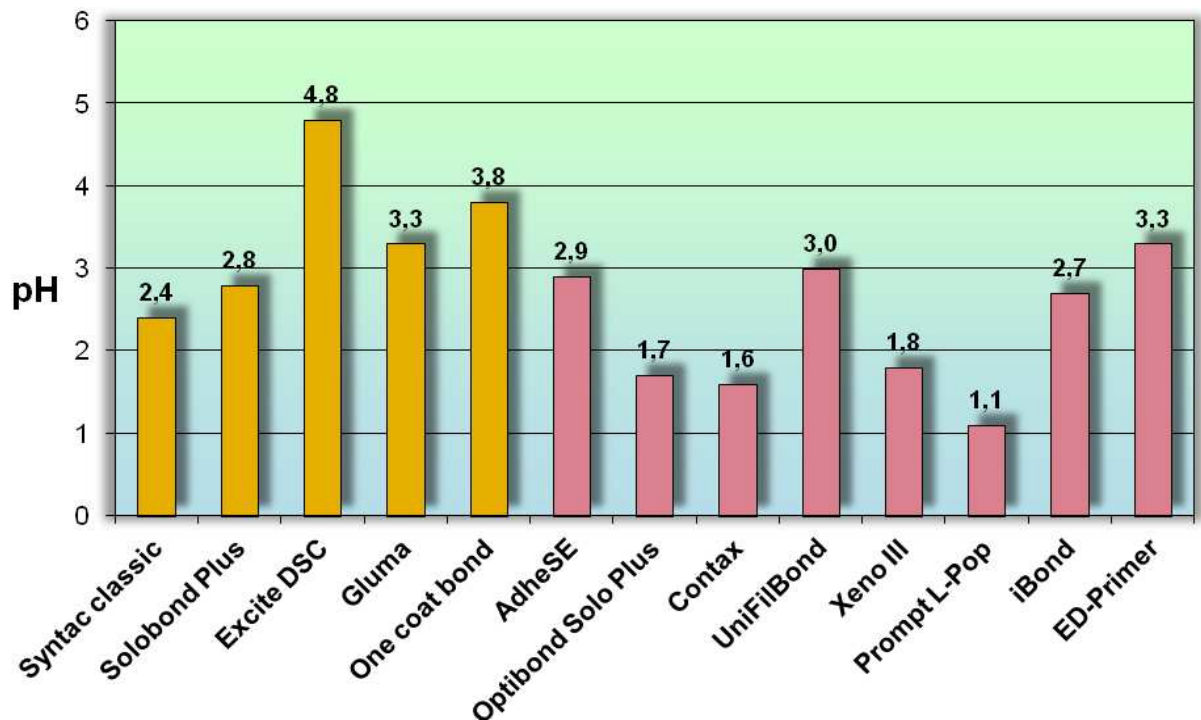


Abb. 10: pH-Werte von Primer bzw. Bonding der Adhäsive

Kein Adhäsiv erreichte einen pH-Wert von über 5,0. Den zu allen anderen Systemen signifikant höchsten Wert in Richtung Neutralität erzielte Excite DSC mit einem pH-Wert von 4,8. Konträr dazu stand Prompt L-Pop mit dem pH-Wert von 1,1. Vom geringsten bis zum höchsten Säuregrad wurde folgende Reihenfolge festgestellt: One coat bond mit pH-Wert 3,8, welcher sich nicht signifikant von ED-Primer, Gluma (beide pH-Wert 3,3) und UniFil Bond (pH-Wert 3,0) unterschied, diesem schloss sich der Säuregrad von AdheSE mit pH-Wert 2,9 an, welcher sich mit nicht signifikantem Unterschied zu Solobond Plus mit einem pH-Wert von 2,8 und iBond mit pH-Wert 2,7 einreichte. Die wässrige Lösung von Syntac Classic (pH-Wert 2,5) ordnete sich danach ein. Die niedrigsten pH-Wert-Werte wurden bei Xeno III (pH-Wert 1,8) sowie bei Optibond Solo Plus (pH-Wert 1,7) und Contax mit einem pH-Wert-Wert von 1,6 ermittelt, die sich dabei untereinander nicht signifikant, aber signifikant zu allen anderen Präparaten unterschieden.



## 5.2 Scherhaftfestigkeit am Dentin von Rinderzähnen

Da klinische Erfahrungen und experimentelle Untersuchungen gezeigt haben, dass Verbunde mit experimentellen Scherhaftfestigkeiten über 10 MPa den durchschnittlichen Belastungen der Mundhöhle auf längere Zeit gewachsen sind, wurde in den folgenden Diagrammen an dieser Stelle eine horizontale rote Linie zur Orientierung und als Maß eingezogen.

In den Abbildungen 11 und 12 ist die Scherhaftfestigkeit der Total-Etch-Systeme und der Self-Etch-Systeme am Rinderdentin nach einem Tag Lagerung im Wärmeschrank dargestellt. Die dazugehörigen Zahlenwerte und Signifikanztests sind in den Tabellen 2 und 14 im Tabellenanhang zusammengefasst.

### 5.2.1 Adhäsive Füllung ohne Opaker

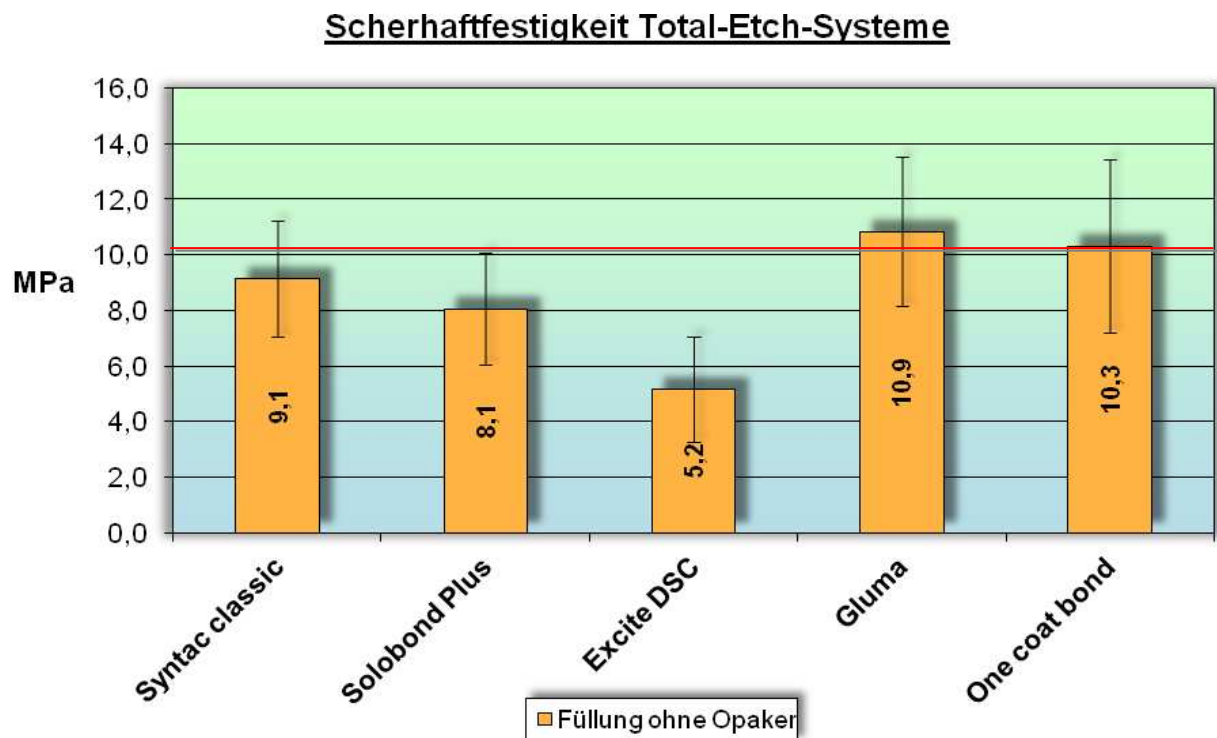


Abb. 11: Scherhaftfestigkeit der Total-Etch-Systeme nach adhäsiver Füllung

Die höchste Haftfestigkeit der **Total-Etch-Systeme** (Abb. 11) erzielte bei Abscherung Gluma mit 10,9 MPa, welches sich signifikant nur von Solobond Plus und Excite DSC unterschied. Die 10-MPa-Grenze erreichte ebenfalls One coat bond mit einem Wert von 10,3. Danach reihten sich in abfallender Folge Syntac classic mit 9,1 MPa und Solobond Plus mit 8,1 MPa ein, ohne signifikanten Unterschied. Der geringste Mittelwert von 5,2 MPa wurde bei Excite DSC gemessen und unterschied sich von allen Systemen statistisch signifikant.

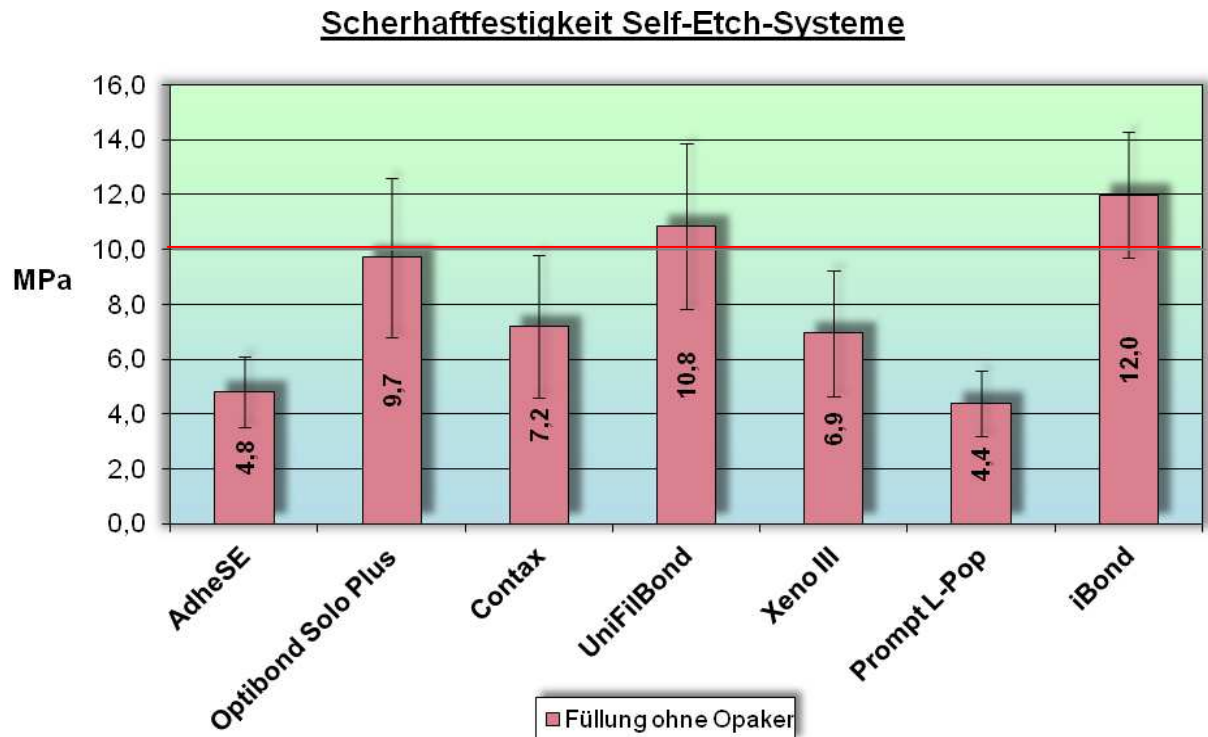


Abb. 12: Scherhaftfestigkeit der Self-Etch-Systeme nach adhäsiver Füllung

Bei den **Self-Etch-Systemen** (Abb. 12) erzielten zwei der getesteten Systeme Werte über 10 MPa, ohne sich signifikant voneinander zu unterscheiden: iBond mit 12 MPa und UniFil Bond mit 10,8 MPa. Im Bereich der mittleren Haftfestigkeiten fanden sich in absteigender Reihenfolge: Optibond Solo Plus (nicht signifikant zu iBond und UniFil Bond), Contax mit signifikantem Unterschied zu iBond und UniFil Bond sowie Xeno III, das sich lediglich von Contax nicht signifikant unterschied. Vergleichsweise schlecht schnitten AdheSE mit 4,8 MPa und Prompt L-Pop mit 4,4 MPa ab. Beide unterscheiden sich untereinander statistisch nicht signifikant, aber signifikant zu allen anderen Präparaten.

### 5.2.2 Adhäsive Füllung mit Opaker

Die Abbildungen 13 und 14 zeigen die Haftfestigkeitswerte bei Abscherung von adhäsiv gefüllten Prüfkörpern, bei denen als Zwischenschicht ein Opakerkunststoff aufgetragen wurde. Die Verbundkörper lagerten hier ebenfalls einen Tag in physiologischer Kochsalzlösung im Wärmeschränk. Die Mittelwerte und Ergebnisse der Signifikanztests sind in den Tabellen 3, 15, 16 und 17 im Tabellenanhang aufgeführt.



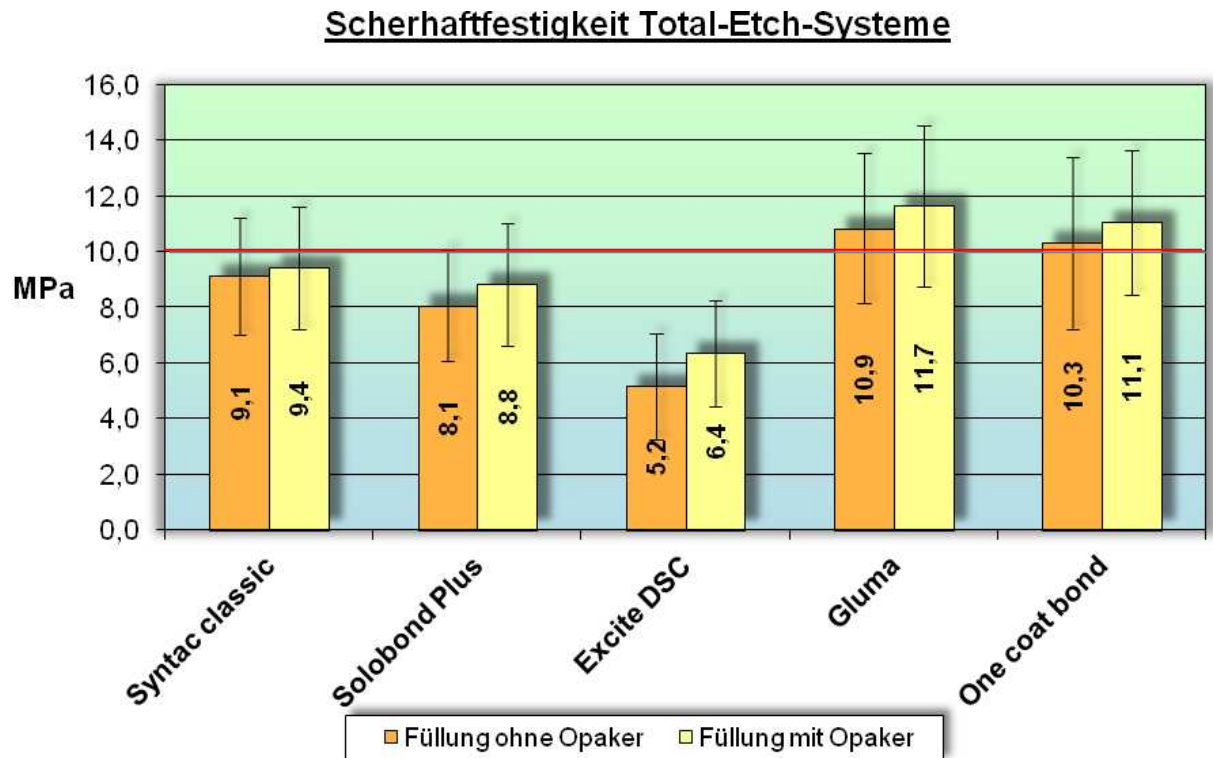


Abb. 13: Scherhaftfestigkeit der Total-Etch-Systeme nach adhäsiver Füllung ohne und mit Opaker

Bei den **Total-Etch-Systemen** (Abb. 13) erreichte Gluma wieder den höchsten mittleren Haftwert von 11,7 MPa gefolgt von One coat bond mit 11,1 MPa ohne signifikanten Unterschied. Nicht signifikant unterschiedlich zu diesen beiden Präparaten schloss sich Syntac classic an. Es folgte in absteigender Reihenfolge des Mittelwertes Solobond Plus, das sich signifikant nur von Gluma unterschied. Die niedrigste Verbundfestigkeit entwickelte Excite DSC. Es unterschied sich von den anderen Präparaten stets statistisch signifikant.

Werden die Ergebnisse der Scherhaftfestigkeit nach Füllung mit und ohne Opaker miteinander verglichen, so erlangten alle Total-Etch-Systeme bei der adhäsiven Füllung mit Opakerzwischenschicht tendentiell höhere mittlere Haftfestigkeiten als ohne Opaker. Die größte Zunahme der Haftfestigkeit durch den Opaker war bei Excite DSC mit 1,2 MPa (= 18,8 %) zu erkennen, allerdings ohne statistische Signifikanz. Im Vergleich dazu unterschieden sich die Werte bei den anderen Präparaten mit Differenzen unter 1 MPa ebenfalls nicht signifikant, während die Streuung der Werte mit Opaker bei fast allen Systemen geringfügig zunahm.

### Scherhaftfestigkeit Self-Etch-Systeme

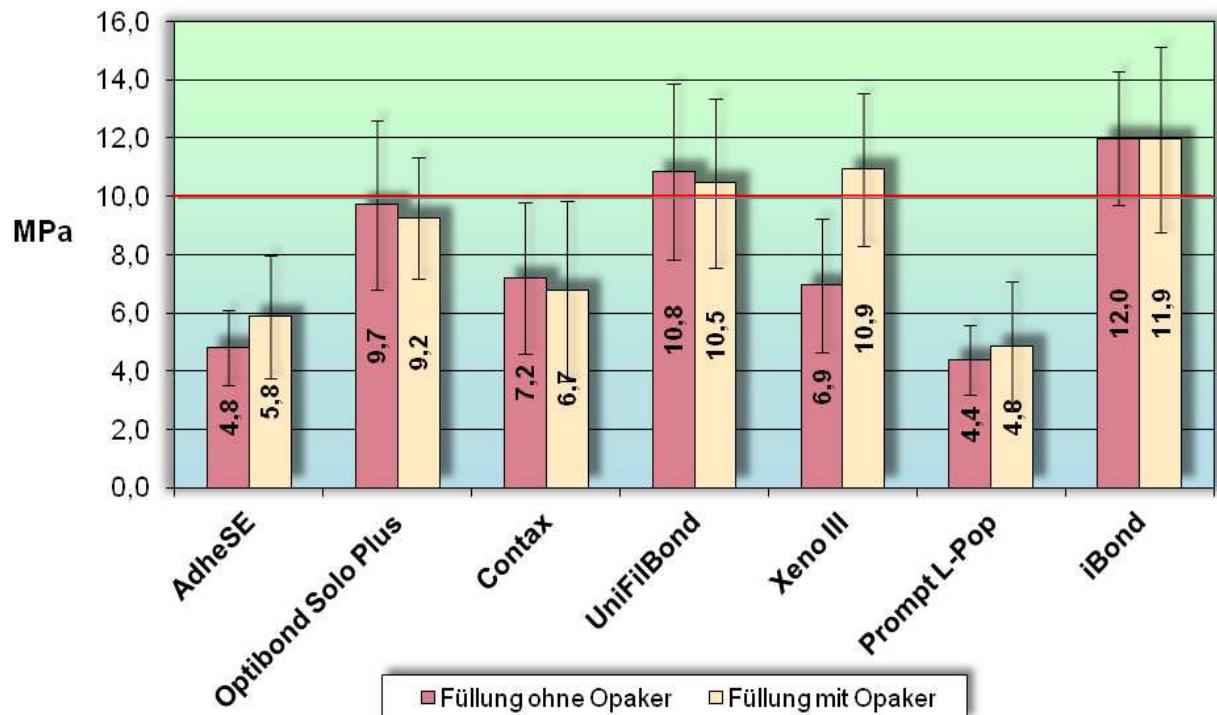


Abb. 14: Scherhaftfestigkeit der Self-Etch-Systeme nach adhäsiver Füllung ohne und mit Opaker

Bei den **Self-Etch-Systemen** (Abb. 14) erzielte iBond nach adhäsiver Füllung mit Opaker den höchsten Haftwert von 11,9 MPa. Ohne signifikanten Unterschied zu iBond erreichten Xeno III und UniFil Bond ebenfalls Werte über 10 MPa. Im mittleren Haftfestigkeitsbereich lag Optibond Solo Plus mit 9,2 MPa. Es unterschied sich signifikant von iBond sowie von AdheSE und Prompt L-Pop. Contax mit 6,7 MPa schnitt signifikant schlechter ab als iBond, Xeno III und UniFil Bond und unterschied sich nicht signifikant von AdheSE mit 5,8 MPa und Prompt L-Pop mit einem Mittelwert von 4,8 MPa.

Ein Vergleich der Ergebnisse der Scherhaftfestigkeit nach Füllung mit und ohne Opaker machte deutlich, dass etwa bei der Hälfte der getesteten Adhäsive dieser Materialgruppe eine allerdings nicht signifikante Haftfestigkeitssteigerung durch das Auftragen von Opaker auf das jeweilige Adhäsiv erzeugt werden konnte. Nur Xeno III verbesserte durch diese Modifikation seine mittlere Scherhaftfestigkeit signifikant um 4 MPa (= 36,7 %). Auch bei den Self-Etch-Systemen sprachen die höheren Streuungswerte nach dem Opakerauftrag nicht für gleichmäßigere und sicherere Ergebnisse.

### 5.2.3 Befestigung von Prüfkörpern

Die Mittelwerte, die absoluten und relativen Streuungen der Scherhaftfestigkeit von adhäsiv befestigten Prüfkörpern und die Signifikanzvergleiche finden sich in den Tabellen 4, 18, 19 und 20 im Tabellenanhang. Die produktspezifische Verbundfestigkeit wurde nach einem Tag Lagerung in physiologischer Kochsalzlösung bei 37 °C gemessen.

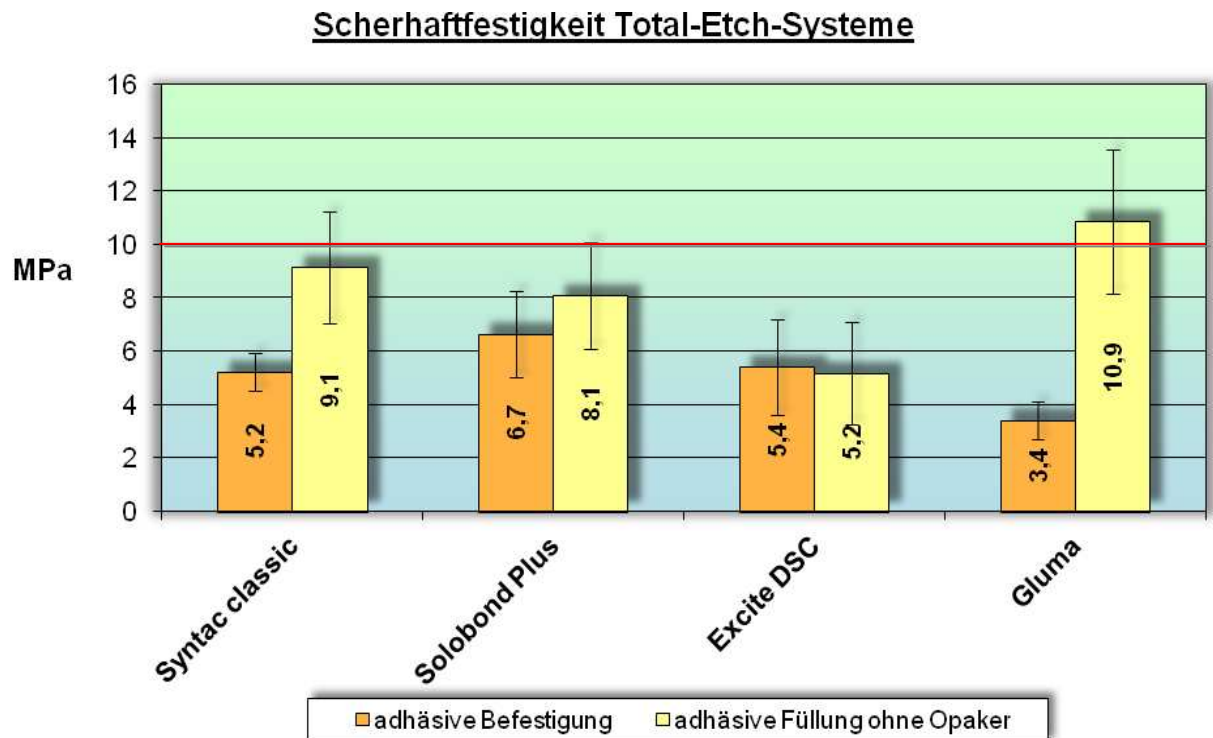


Abb. 15: Scherhaftfestigkeit der Total-Etch-Systeme nach adhäsiver Befestigung und adhäsiver Füllung

Bei Abscherung von adhäsiv befestigten Prüfkörpern nach Anwendung eines **Total-Etch-Systems** (Abb. 15) erreichte Solobond Plus einen Wert von 6,7 MPa. Excite DSC und Syntac classic unterschieden sich davon mit 5,4 MPa bzw. 5,2 MPa im Mittel nicht signifikant. Signifikant schlechter als diese drei Präparate schnitt Gluma mit 3,4 MPa ab.

Der Vergleich der Scherhaftfestigkeit nach adhäsiver Befestigung und adhäsiver Füllung, jeweils ohne Opaker, fiel deutlich zugunsten der Füllungssituation aus. Der größte Unterschied zeigte sich bei Gluma mit einer Differenz von 7,5 MPa (= 68,8 %). Dieser Unterschied war wie der bei Syntac classic mit 3,9 MPa (= 42,9 %) signifikant. Dagegen bestand bei Solobond Plus und Excite DSC in der Haftfestigkeit nach adhäsiver Befestigung im Vergleich zur Füllung kein signifikanter Unterschied.

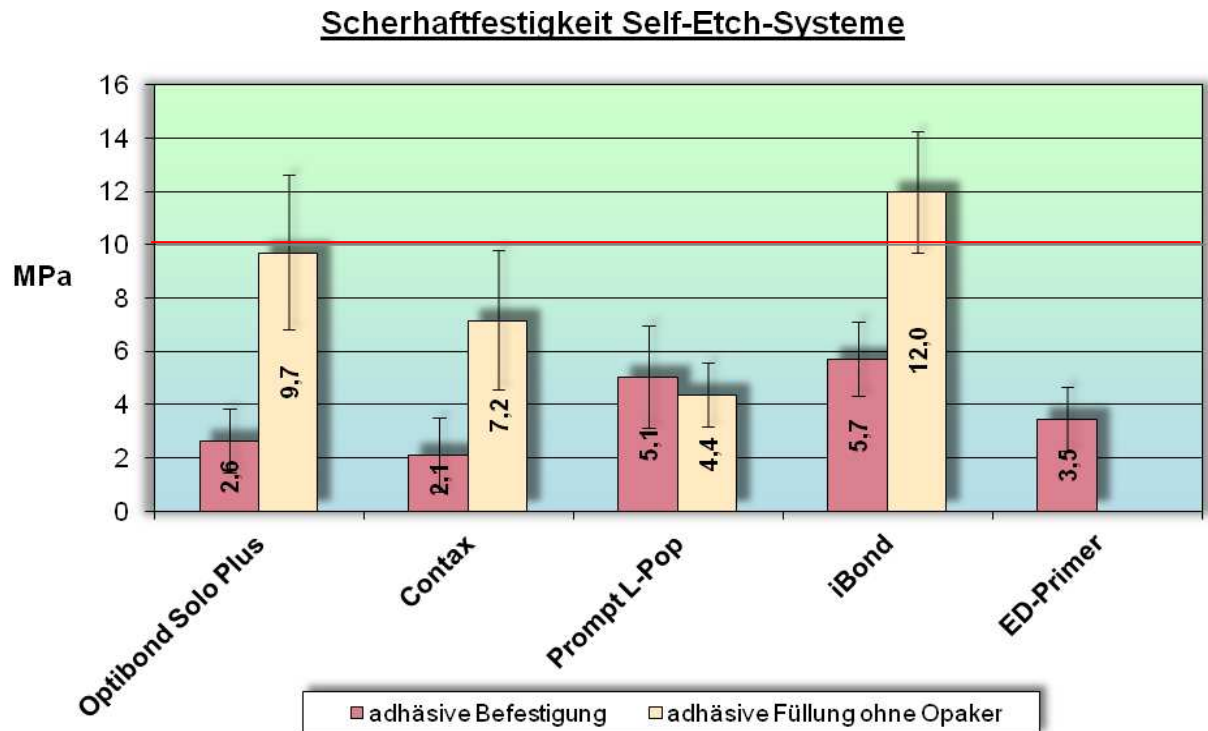


Abb. 16: Scherhaftfestigkeit der Self-Etch-Systeme nach adhäsiver Befestigung und adhäsiver Füllung

Ähnlich wie bei den Total-Etch-Systemen erreichte bei Abscherung von adhäsiv befestigten Prüfkörpern nach Verwendung der **Self-Etch-Systeme** (Abb. 16) keines der Präparate Haftwerte über 10 MPa. iBond mit dem besten Mittelwert von 5,7 MPa unterschied sich nicht signifikant von Prompt L-Pop mit 5,1 MPa. Deutlich geringere Scherhaftfestigkeiten erzielten ED-Primer (signifikant zu iBond) und Optibond Solo Plus (signifikant zu iBond und ED-Primer), während das Adhäsiv Contax mit 2,1 MPa die schlechtesten Mittelwerte erzielte und sich dabei von iBond und Prompt L-Pop signifikant unterschied.

Ein Vergleich der Scherhaftfestigkeit nach adhäsiver Füllung und adhäsiver Befestigung erbrachte für Prompt L-Pop keinen signifikanten Unterschied. Sehr große signifikante Unterschiede zwischen beiden Situationen ergaben sich bei Optibond Solo Plus mit -7,7 MPa (= 73,2 %), iBond mit -6,3 MPa (= 47,5 %) und Contax mit -5,1 MPa (= 29,2 %) nach Befestigung gegenüber Füllung.

Da ED-Primer nach Herstellerangaben nur zur Befestigung geeignet ist, wurden bei ihm keine Vergleiche zur Füllungssituation erarbeitet.

### 5.3 Scherhaftfestigkeit am Dentin von Rinderzähnen nach Wechsellast

Die Abbildungen 17 und 18 enthalten die Ergebnisse bei Abscherung der Prüfkörper nach 25.000 Zyklen im Wechselbad. Zuvor wurden die Prüfkörper nach ihrer Herstellung einen Tag in physiologischer NaCl-Lösung bei 37 °C gelagert. Die dazugehörigen Zahlenwerte und Signifikanztests sind in den Tabellen 5, 21, 22 und 23 im Tabellenanhang zusammengefasst.

#### 5.3.1 Adhäsive Füllung ohne Opaker

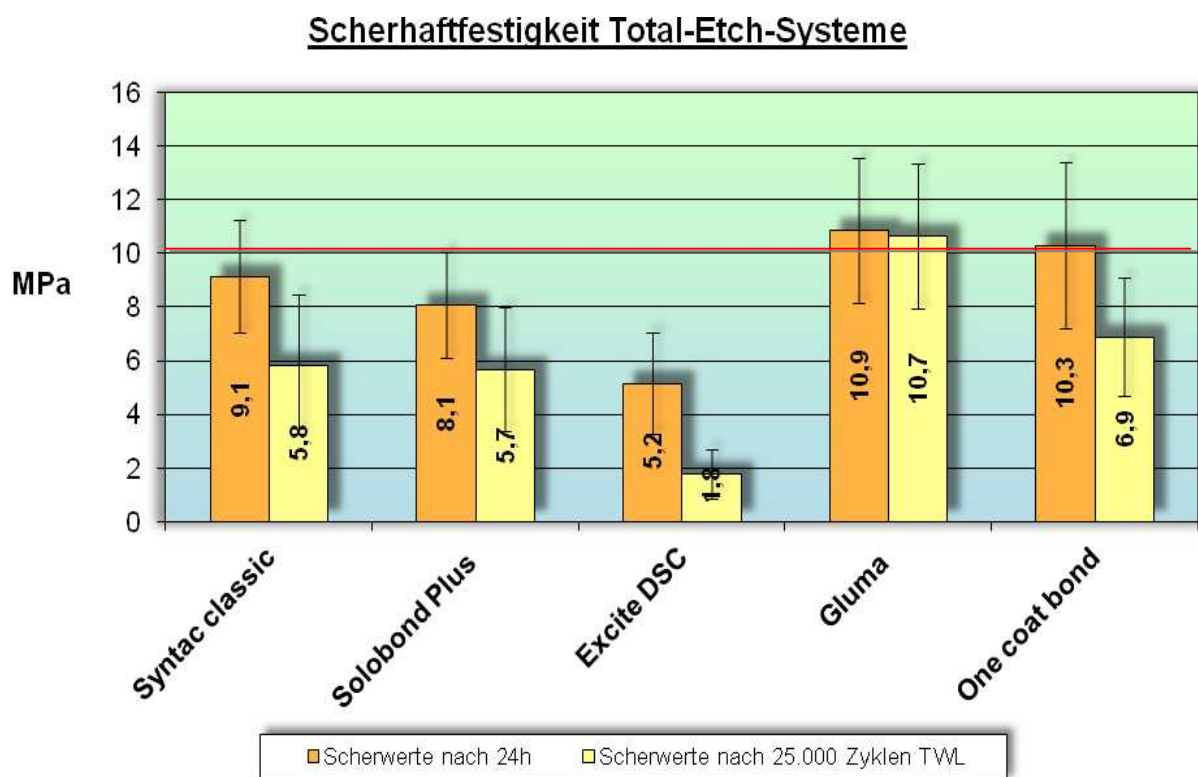


Abb. 17: Scherhaftfestigkeit von Total-Etch-Systemen nach einem Tag Lagerung und nach 25.000 Zyklen Temperaturwechsellast

Nach künstlicher Alterung der Verbundkörper zeigten sich zwischen den **Total-Etch-Systemen** (Abb. 17) große Unterschiede. Während bei Gluma mit 10,7 MPa ein Mittelwert über 10 MPa gemessen wurde, erreichte Excite DSC nur 1,8 MPa. Im Bereich der durchschnittlichen Werte fanden sich in abfallender Reihenfolge ohne signifikanten Unterschied zueinander (Tab. 21) One coat bond mit 6,9 MPa, Syntac classic mit 5,8 MPa und Solobond Plus mit 5,7 MPa. Gluma und Excite DSC unterschieden sich von allen anderen Präparaten signifikant.

Bis auf Gluma mit -0,2 MPa und Solobond Plus mit -2,4 MPa wiesen alle Systeme eine deutliche und signifikante Haftfestigkeitsminderung durch die künstliche Alterung im TWL auf. Bei One coat bond und Excite DSC war diese Verschlechterung mit jeweils -3,4 MPa am deutlichsten.

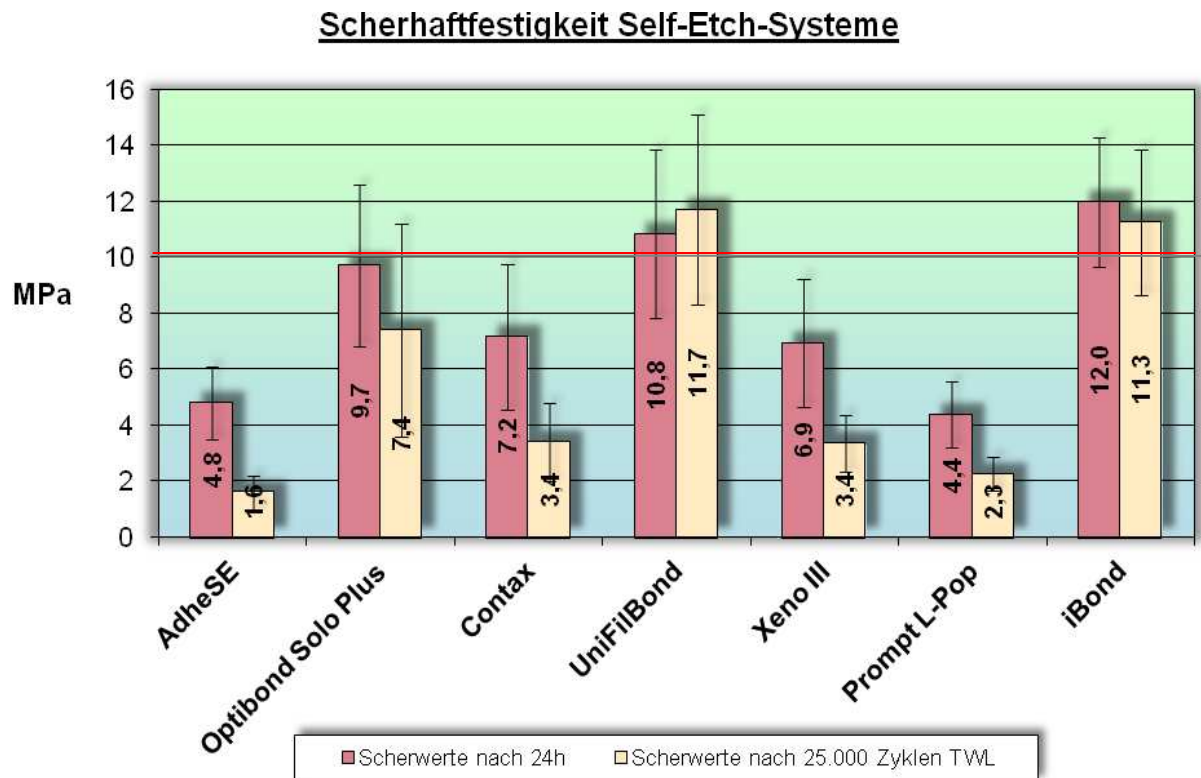


Abb. 18: Scherhaftfestigkeit von Self-Etch-Systemen nach einem Tag Lagerung und nach 25.000 Zyklen Temperaturwechsellast

Die höchste Scherhaftfestigkeit der mittels **Self-Etch-Systemen** (Abb. 18) hergestellten Prüfkörper nach Wechsellast erreichte UniFil Bond mit 11,7 MPa. Danach reihte sich ohne signifikanten Unterschied iBond ein, welches mit 11,3 MPa noch einen Wert über 10 MPa aufwies. Im Bereich der durchschnittlichen Scherhaftfestigkeiten war das Adhäsiv Optibond Solo Plus mit 7,4 MPa zu finden. Es bestand keine Signifikanz zu iBond und UniFil Bond. Deutlich niedrigere Haftwerte zeigten sich bei Contax und Xeno III mit jeweils 3,4 MPa sowie Prompt L-Pop mit 2,3 MPa ohne signifikanten Unterschied und bei AdheSE mit dem geringsten Mittelwert von 1,6 MPa und keiner statistischen Signifikanz zu Prompt L-Pop.

Während sich die Scherhaftfestigkeit nach einem Tag und nach 25.000 Zyklen Lastwechsel bei den Systemen UniFil Bond, iBond und Optibond Solo Plus nicht signifikant unterschied, ergab sich bei allen anderen Systemen eine signifikant geringere Haftfestigkeit durch die Temperaturwechsellasten. Die Differenzen



betrugen bei Contax - 3,8 MPa (= -52,8 %), Xeno III -3,5 MPa (= -50,7 %), AdheSE -3,2 MPa (= -66,7 %), Optibond Solo Plus -2,3 MPa (= -23,7 %) und bei Prompt L-Pop -2,1 MPa (= -47,7 %).

### 5.3.2 Befestigung von Prüfkörpern

Die Diagramme 19 und 20 stellen die Ergebnisse bei Abscherung von Prüfkörpern dar, die mit dem herstellerspezifischen Composite adhäsiv am Rinderdentin befestigt wurden. Nachdem sie einen Tag in physiologischer Kochsalzlösung im Wärmeschrank lagerten, wurden sie 25.000 Zyklen des Wechsellastbades ausgesetzt. Die Ergebnisse und Zahlenwerte der Signifikanztests sind in den Tabellen 6, 24, 25 und 26 im Tabellenanhang zu finden.

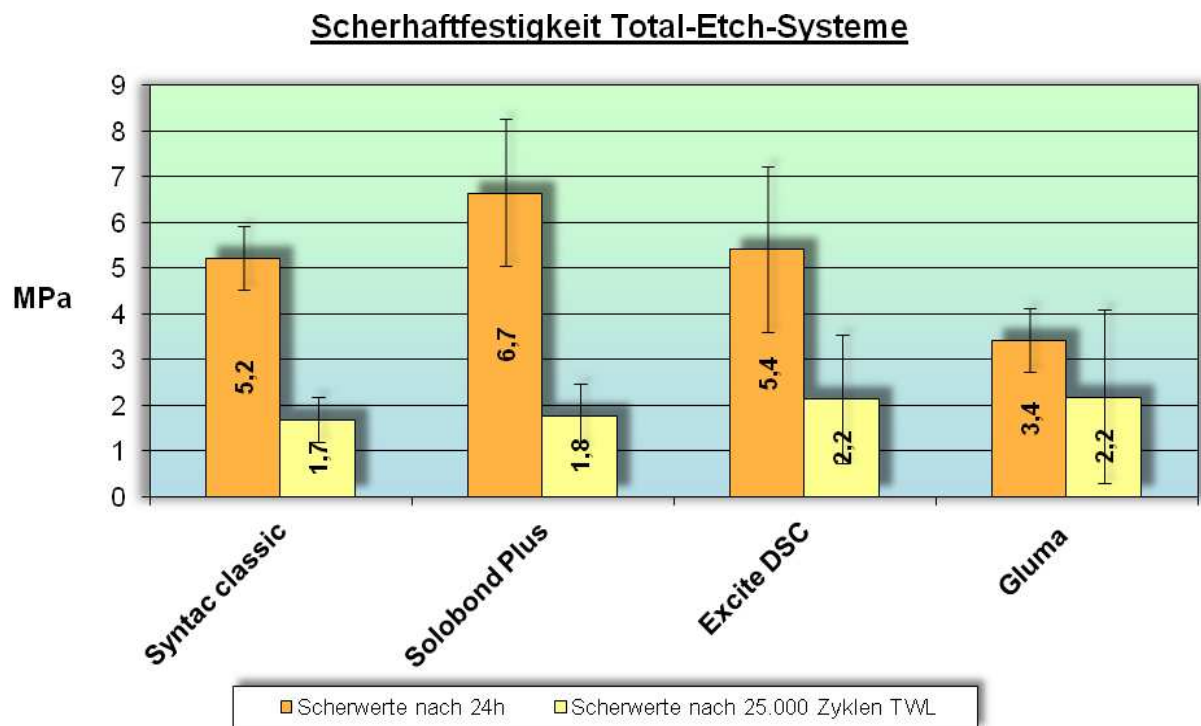


Abb. 19: Scherhaftfestigkeit von Total-Etch-Systemen nach einem Tag Lagerung und nach 25.000 Zyklen Temperaturwechsellast

Nach Temperaturwechsellast erreichten die **Total-Etch-Systeme** Excite DSC und Gluma mit 2,2 MPa die gleichen mittleren Haftwerte, die allerdings nur gering höher ausfielen als bei Solobond Plus und Syntac classic mit 1,8 MPa bzw. 1,7 MPa (Abb. 19). Zwischen den Präparaten bestand nach TWL kein signifikanter Unterschied.

Der größte Rückgang der Haftfestigkeit durch TWL trat bei Solobond Plus auf: -4,9 MPa (= -73,1 %). Bei Syntac classic betrug die Differenz -3,5 MPa (= -67,3 %),

bei Excite DSC -3,2 MPa (= -59,3 %) und bei Gluma -1,2 MPa (= -35,3 %). Bis auf Gluma ging bei allen untersuchten Total-Etch-Systemen die Scherhaftfestigkeit durch die Temperaturwechsellast-Stressung signifikant zurück.

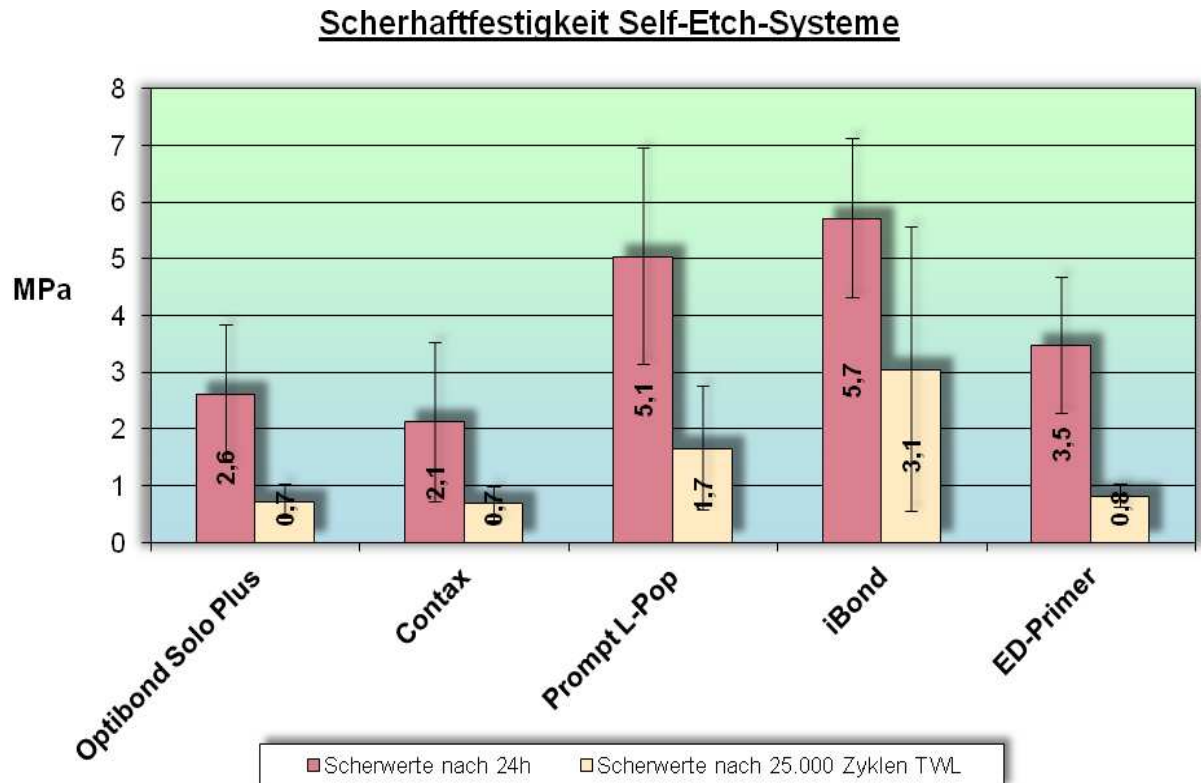


Abb. 20: Scherhaftfestigkeit von Self-Etch-Systemen nach einem Tag Lagerung und nach 25.000 Zyklen Temperaturwechsellast

Die höchste Scherhaftfestigkeit nach künstlicher Alterung erreichte bei den **Self-Etch-Systemen** (Abb. 20) iBond mit 3,1 MPa. In absteigender Reihenfolge fanden sich Prompt L-Pop mit 1,7 MPa, ED-Primer mit 0,8 MPa und mit geringfügigem Abstand Optibond Solo Plus und Contax mit jeweils 0,7 MPa. Mit Ausnahme von Prompt L-Pop unterschieden sich die Ergebnisse von iBond signifikant von den anderen Präparaten.

Ein Vergleich der Ergebnisse der Scherhaftfestigkeit nach einem Tag und nach 25.000 Zyklen Lastwechsel verdeutlicht, dass bei allen Produkten eine zum Teil enorme Haftfestigkeitsminderung durch die TWL-Stressung bewirkt wurde. Der absolut größte Rückgang mit -3,4 MPa (= -66,7 %) war bei Prompt L-Pop erkennbar, es folgten ED-Primer mit -2,7 MPa (= -77,1 %), iBond mit -2,6 MPa (= -45,6 %) und Optibond Solo Plus mit -1,9 MPa (= -73,1 %). Die geringste absolute Abweichung zwischen beiden Versuchsreihen zeigte sich bei Contax mit -1,4 MPa (= -66,7 %).



## 5.4 Scherhaftfestigkeit am Dentin von menschlichen Zähnen

Die Diagramme 21-27 verdeutlichen die Scherhaftfestigkeit bei Abscherung vom menschlichen Dentin. Die Prüfkörper lagerten vorher für 24h in physiologischer Kochsalzlösung im Wärmeschrank bzw. wurden zusätzlich einer Stressung unterworfen.

### 5.4.1 Adhäsive Füllung ohne Opaker

Abbildung 21 stellt die Haftfestigkeit am Dentin von Menschenzähnen dar bei Prüfkörpern, die als adhäsive Füllung mit herstellerspezifischem Composite ohne Opakerzwischenschicht entstanden waren. Die Zahlenwerte und die Ergebnisse der Signifikanztests finden sich in den Tabellen 7, 27 und 30 im Tabellenanhang.

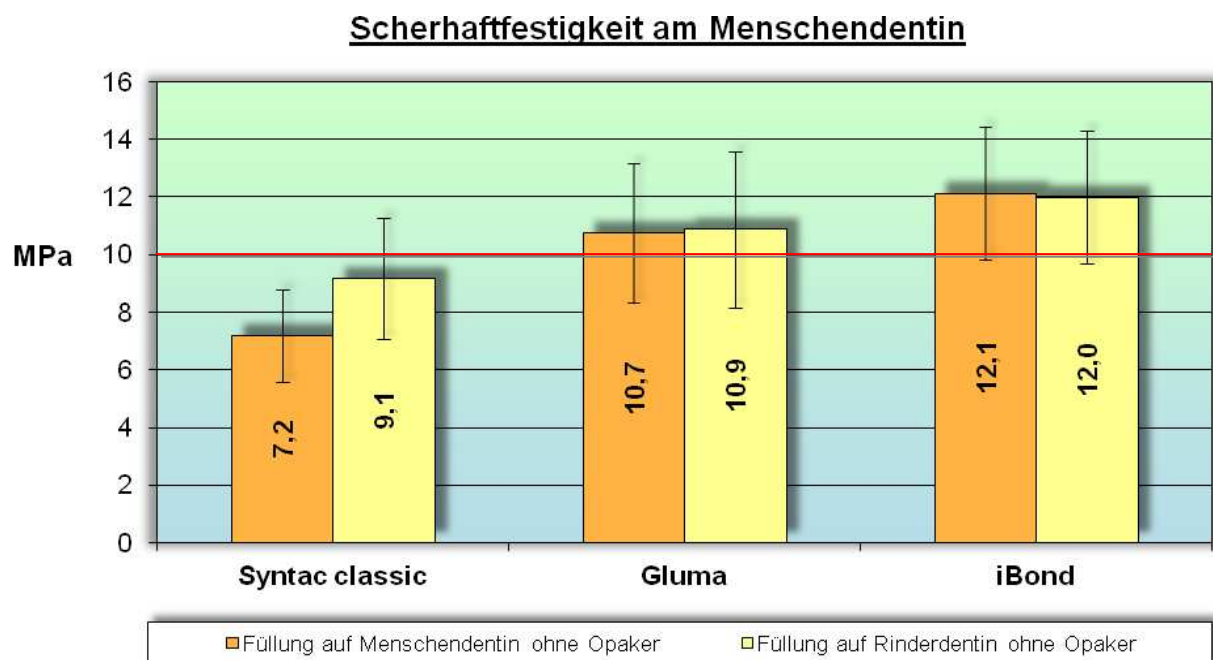


Abb. 21: Scherhaftfestigkeit nach adhäsiver Füllung an menschl. Dentin – Vergleich zum Rinderdentin

Als bestes unter den ausgewählten Adhäsiven erreichte iBond eine Scherhaftfestigkeit von 12,1 MPa. Ebenfalls über 10 MPa lag Gluma mit 10,7 MPa. Eine signifikant geringere Haftung von 7,2 MPa erzielte das Mehrkomponenten-Adhäsiv Syntac classic.

Beim Vergleich menschliches Dentin - Rinderdentin erlangten iBond und Gluma gleichwertige Ergebnisse. Syntac classic schnitt am menschlichen Dentin im Mittelwert um -1,9 MPa (= -20,9 %) schlechter ab, jedoch nicht signifikant.

### 5.4.2 Adhäsive Füllung mit Opaker

Abbildung 22 stellt die Scherhaftfestigkeit nach einem Tag am menschlichen Dentin nach adhäsiver Füllung mit und ohne zusätzlicher Opakerzwischenschicht auf dem Adhäsiv dar, bevor mit dem herstellerspezifischen Composite gefüllt wurde. Außerdem wurde in die Abbildung die Situation am Rinderdentin ohne und mit Opaker aufgenommen, um wiederum Menschen- und Rinderdentin gegenüber zu stellen. Die Zahlenwerte und die Ergebnisse der Signifikanztests finden sich in den Tabellen 8, 28, 29 und 31 im Tabellenanhang wieder.

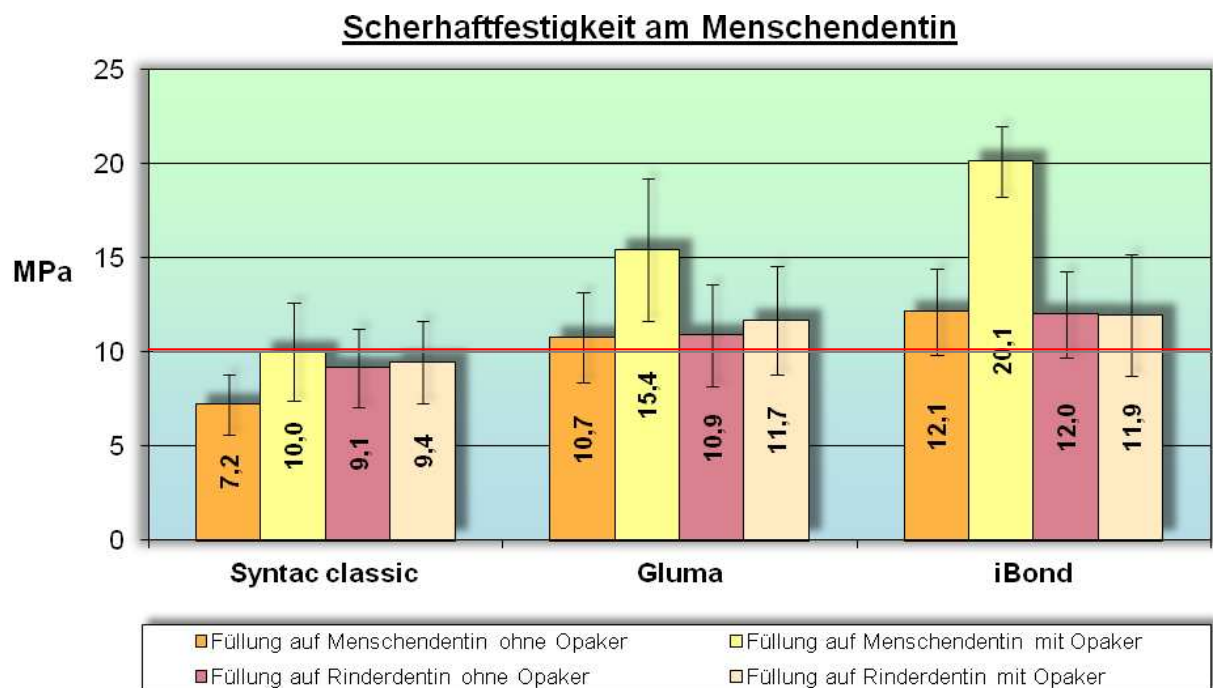


Abb. 22: Scherhaftfestigkeit auf Menschendentin nach adhäsiver Füllung ohne und mit Opaker und Scherhaftfestigkeit auf Rinderdentin nach adhäsiver Füllung ohne und mit Opaker

iBond erreichte mit Abstand die höchste Scherhaftfestigkeit von 20,1 MPa an menschlichem Dentin mit Opaker. Danach folgten mit jeweils signifikantem Abstand Gluma mit 15,4 MPa und Syntac classic mit 10,0 MPa.

Der größte Unterschied der Scherhaftfestigkeit am Menschendentin ohne und mit Opaker fiel bei iBond auf, wobei sich die Werte durch Einbringen der Opakerzwischenschicht von 12,1 MPa auf 20,1 MPa, also um signifikante 8 MPa (= 39,8 %) verbesserten. Bei Gluma wurde eine Haftfestigkeitssteigerung durch die Opakerschicht von 10,7 MPa auf 15,4 MPa (= 30,5 %) gemessen. Auch bei Syntac classic war die Verbundfestigkeit von 7,2 MPa ohne Opaker auf 10,0 MPa (= 28,0 %) mit Opaker signifikant erhöht.

Beim Vergleich der Scherhaftfestigkeit nach adhäsiver Füllung mit Opaker am Rinderdentin und am menschlichen Dentin zeigte sich bei Syntac classic keine Signifikanz, also Gleichwertigkeit der Substrate. Bei Gluma und iBond lag die Haftfestigkeit am Menschendentin allerdings höher. Bei iBond war der Unterschied zwischen Menschen- und Rinderzähnen mit 8,2 MPa (= 40,8 %) signifikant. Bei Gluma betrug der Unterschied signifikante 3,7 MPa (= 24,0 %).

### 5.4.3 Befestigung von Prüfkörpern

Die Abbildungen 23 und 24 enthalten die Ergebnisse der Scherhaftfestigkeitsprüfungen nach adhäsiver Befestigung von Composite-Prüfkörpern am menschlichen Dentin. Die Werkstoffverbunde lagerten vorher für 24h im Wärmeschrank. Die Zahlenwerte und Ergebnisse der Signifikanztests sind in den Tabellen 9, 32, 33 und 34 im Tabellenanhang zusammengefasst.

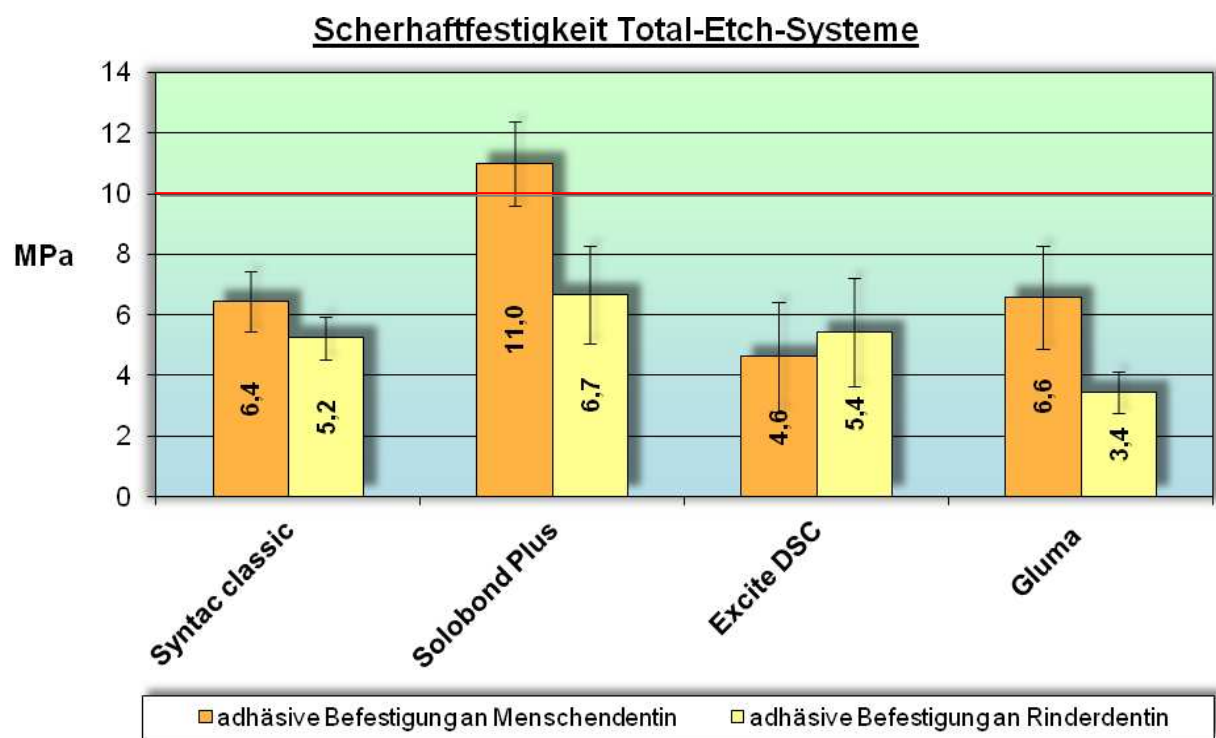


Abb. 23: Scherhaftfestigkeit nach adhäsiver Befestigung am menschlichen Dentin und an Rinderdentin bei Total-Etch-Systemen

An den mit **Total-Etch-Systemen** adhäsiv befestigten Prüfkörpern am menschlichen Dentin wies Solobond Plus mit Abstand und stets signifikant (Tab. 33) den höchsten Haftwert von 11,0 MPa auf. Darunter lagen Gluma mit 6,6 MPa, Syntac classic mit 6,4 MPa und Excite DSC mit 4,6 MPa, die sich untereinander nicht signifikant unterschieden.

Mit Ausnahme von Excite DSC wurden am Menschendentin signifikant höhere Haftfestigkeitswerte als am Rinderdentin erzielt. Der größte absolute Abstand lag mit 4,3 MPa (= +39,1 %) bei Solobond Plus vor, danach folgte Gluma mit einem Unterschied von 3,2 MPa (= +48,5 %) und Syntac classic mit 1,2 MPa (= +18,8 %).

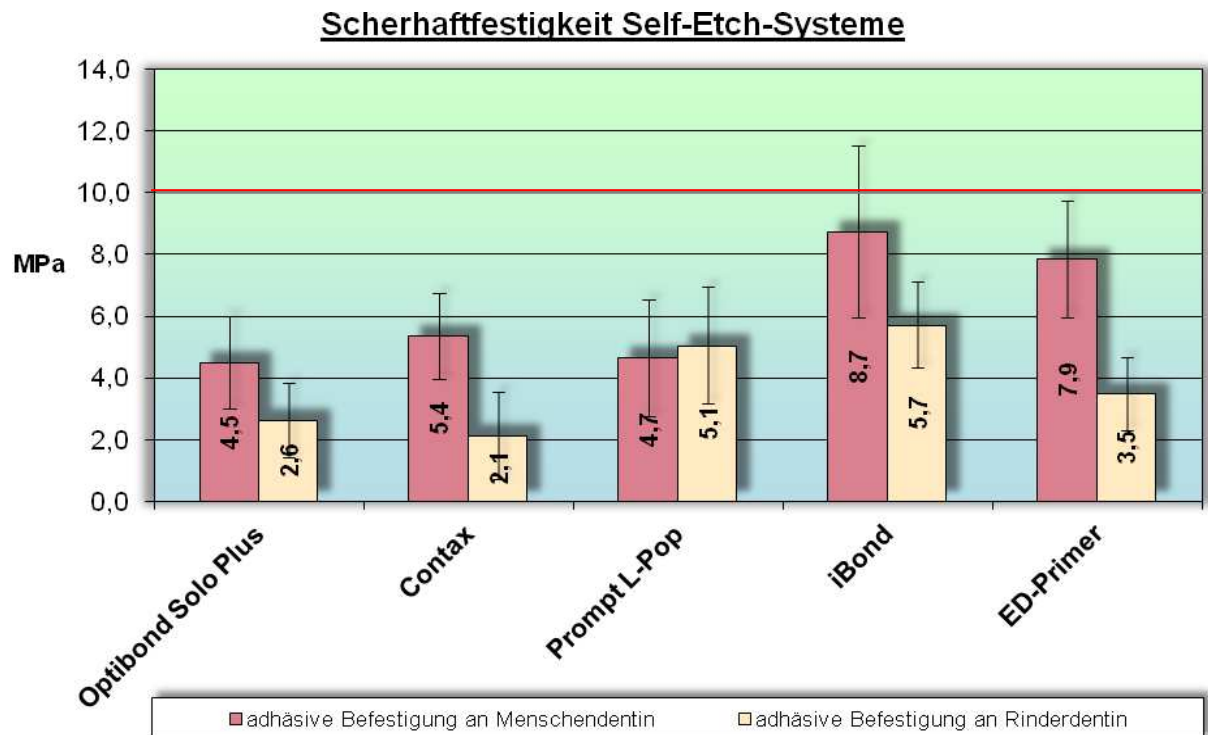


Abb. 24: Scherhaftfestigkeit nach adhäsiver Befestigung am menschlichen Dentin und am Rinderdentin bei Self-Etch-Systemen

Als bestes Adhäsiv bei mit **Self-Etch-Systemen** am menschlichen Dentin adhäsiv befestigten Prüfkörpern (Abb. 24) erwies sich iBond mit 8,7 MPa Scherhaftfestigkeit. Es folgte mit nicht signifikanter, aber tendentiell niedrigerer Verbundfestigkeit ED-Primer, der 7,9 MPa erreichte. Mit signifikantem Unterschied schlossen sich diesem die Mittelwerte von Contax, Prompt L-Pop und Optibond Solo Plus an, welche sich nicht signifikant unterschieden.

Außer bei Prompt L-Pop fielen die Haftwerte am Menschendentin bei allen Systemen signifikant höher aus: Die größte Differenz bestand mit 4,4 MPa (= 55,7 %) bei ED-Primer. Bei Contax und iBond bestanden Unterschiede von 3,3 MPa (= 61,1 %) bzw. 3,0 MPa (= 34,5 %).

## 5.5 Scherhaftfestigkeit am Dentin von menschlichen Zähnen nach Wechsellast

Vor diesen Messungen durchliefen die Prüfkörper eine künstliche Alterung durch Temperaturwechsellast mit 25.000 Zyklen.

### 5.5.1 Adhäsive Füllung ohne Opaker

In Abbildung 25 ist die Scherhaftfestigkeit am menschlichen Dentin nach adhäsiver Füllung graphisch dargestellt. Die dazugehörigen Werte und Ergebnisse der Signifikanztests finden sich in den Tabellen 10, 35, 36 und 37 im Tabellenanhang.

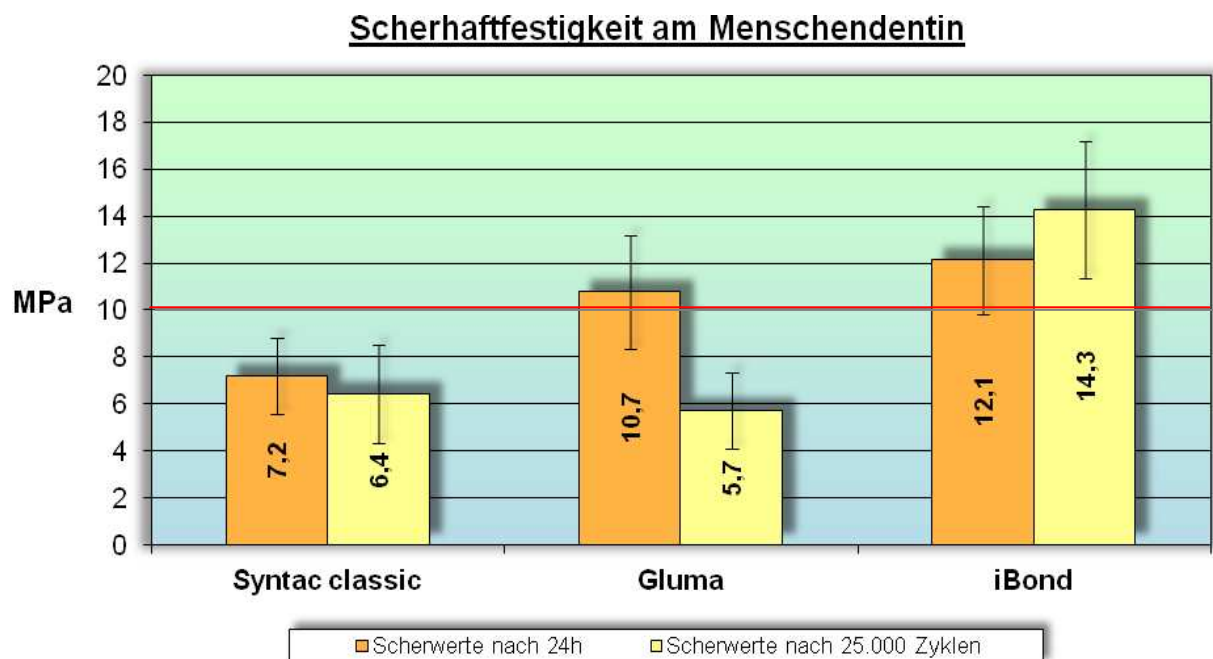


Abb. 25: Vergleich der Scherhaftfestigkeit am menschl. Dentin nach 24h Lagerung und nach 25.000 Zyklen Temperaturwechsellast

Erneut wies am menschlichen Dentin nach 25.000 Zyklen Lastwechsel iBond mit 14,3 MPa die signifikant höchsten Haftwerte gegenüber den Total-Etch-Systemen Syntac classic mit 6,4 MPa und Gluma mit 5,7 MPa, die sich nicht signifikant unterschieden, auf.

Die Scherhaftfestigkeit der adhäsiv gefüllten Prüfkörper ging bei Gluma nach 25.000 Zyklen Lastwechsel um -5,0 MPa (= -46,3 %) erheblich und signifikant zurück. Bei iBond mit +2,2 MPa (= +15,4 %) und bei Syntac classic mit -0,8 MPa (= -11,1 %) ergaben sich keine signifikanten Unterschiede zwischen 24h-Lagerung und TWL.

### 5.5.2 Befestigung von Prüfkörpern

In den Diagrammen 26 und 27 sind die Ergebnisse bei Abscherung adhäsiv befestigter Prüfkörper nach einem Temperaturwechselbad von 25.000 Zyklen graphisch festgehalten. Die dazugehörigen Zahlenwerte und Signifikanztests sind in den Tabellen 11, 38, 39, 40, 41 und 42 im Tabellenanhang einzusehen.

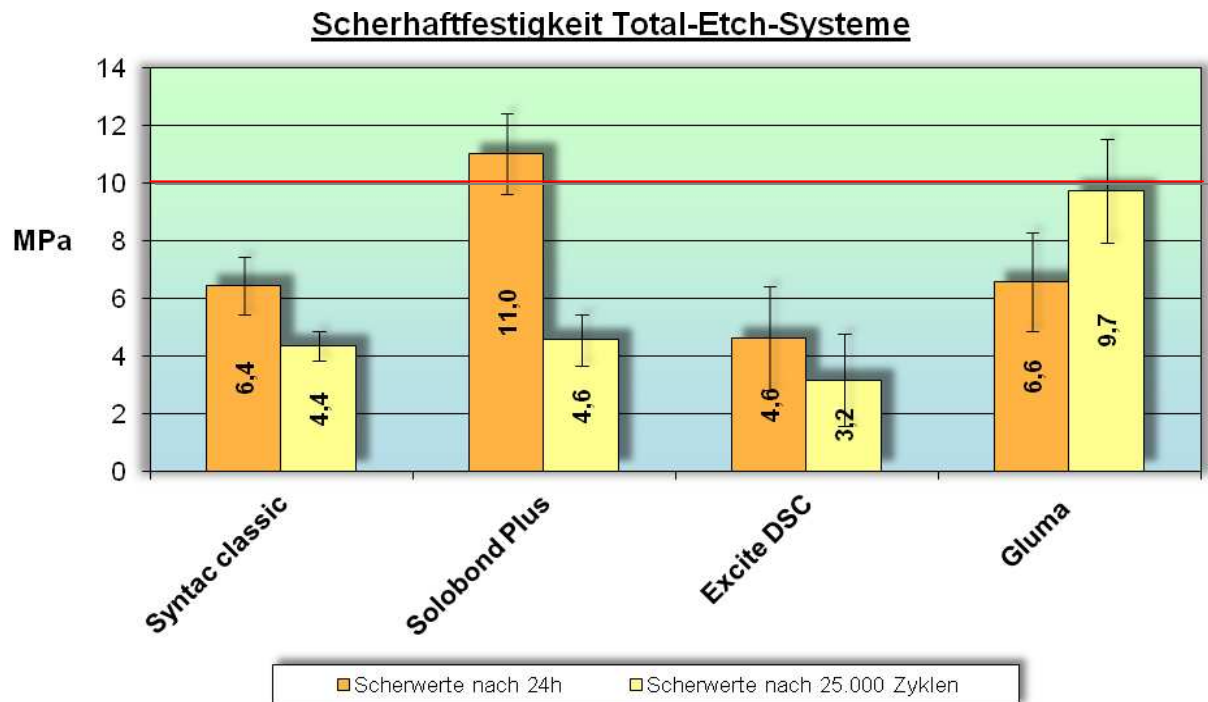


Abb. 26: Scherhaftfestigkeit von adhäsiv befestigten Prüfkörpern nach einem Tag Lagerung und nach 25.000 Zyklen Temperaturwechsellaast bei Total-Etch-Systemen

Bei den **Total-Etch-Systemen** nach Wechsellaast von adhäsiv befestigten Prüfkörpern (Abb. 26) erreichte Gluma den vergleichsweise höchsten Haftwert von 9,7 MPa. Mit deutlich geringerer Verbundfestigkeit und signifikant untereinander nicht unterschiedlich folgten in absteigender Reihenfolge Solobond Plus mit 4,6 MPa, Syntac classic mit 4,4 MPa und Excite DSC mit 3,2 MPa.

Nach dem Temperaturwechselbad zeigten bis auf Excite DSC alle Total-Etch-Systeme signifikant schlechtere Ergebnisse als nach einem Tag Lagerung. Die größte Differenz lag bei Solobond Plus mit -6,4 MPa (= -58,2 %) vor. Bei Syntac classic und Excite DSC bestand ein Unterschied von -2,0 MPa (= -31,3 %) bzw. -1,4 MPa (= -30,4 %). Das Adhäsiv Gluma konnte mit einer Wertesteigerung von +3,1 MPa (= 32,0 %) als einziges Bonding nach künstlicher Alterung hervorgehoben werden.

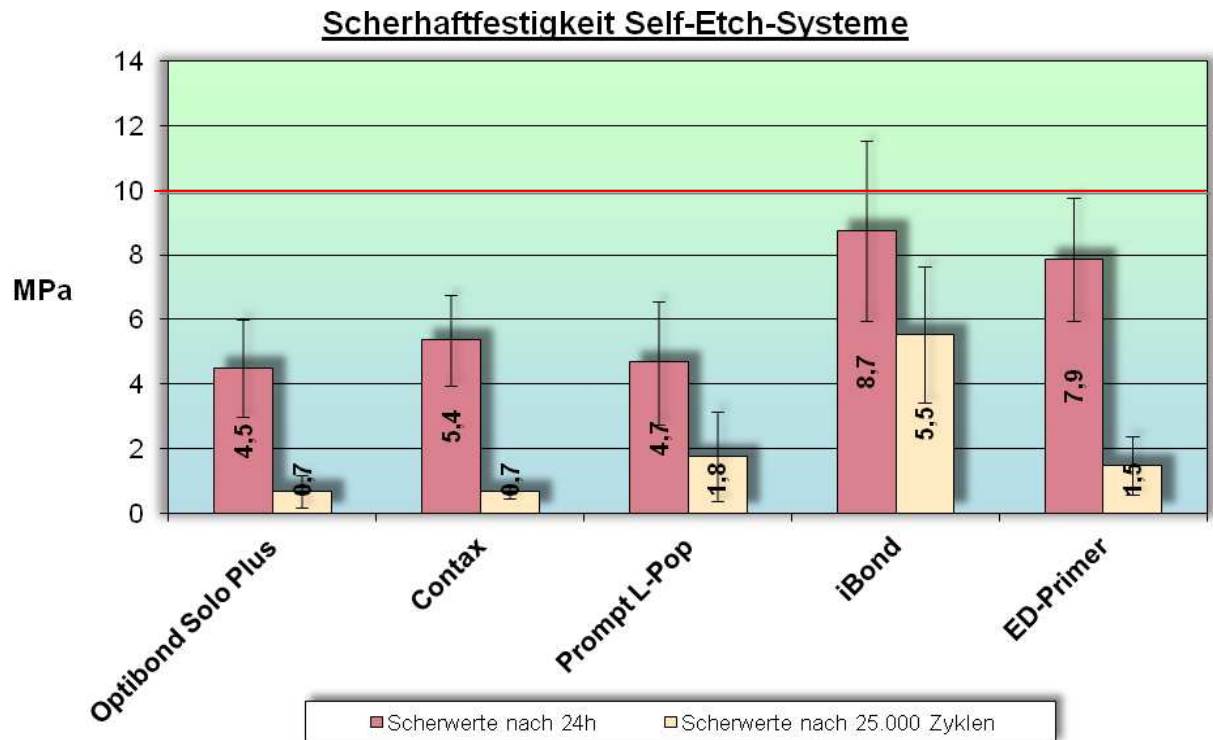


Abb. 27: Scherhaftfestigkeit von adhäsiv befestigten Prüfkörpern nach einem Tag Lagerung und nach 25.000 Zyklen Temperaturwechsellast bei Self-Etch-Systemen

Mit dem höchsten Haftwert von 5,5 MPa unterschied sich das Adhäsiv iBond bei **Self-Etch-Systemen** nach Wechsellast von adhäsiv befestigten Prüfkörpern von den anderen Produkten (Abb. 27). In signifikantem Abstand folgten Prompt L-Pop mit 1,8 MPa, ED-Primer mit 1,5 MPa sowie Optibond Solo Plus und Contax mit einem jeweils kaum messbaren Haftwert von 0,7 MPa, ohne sich signifikant voneinander zu unterscheiden.

Temperaturwechsellast führte bei allen Systemen zu einem signifikanten Rückgang der mittleren Scherhaftfestigkeit. Der größte Unterschied fand sich bei ED-Primer, mit -6,4 MPa (= -81 %). Die geringste Abweichung gegenüber den Ein-Tages-Werten lag bei Prompt L-Pop mit -2,9 MPa (= -61,7 %). Bei iBond bestand eine Differenz von -3,2 MPa (= -36,8 %).

## 5.6 Mikroleakageuntersuchungen

Die Abbildungen 28 und 29 stellen die Eindringtiefe (in mm) der Prüfkörper durch die Methylenblaulösung nach 16, 24, 40 und 48 Stunden dar. Zahlenwerte sowie Ergebnisse zugehöriger Signifikanztests sind in den Tabellen 12 und 43-54 im Tabellenanhang zusammengefasst.



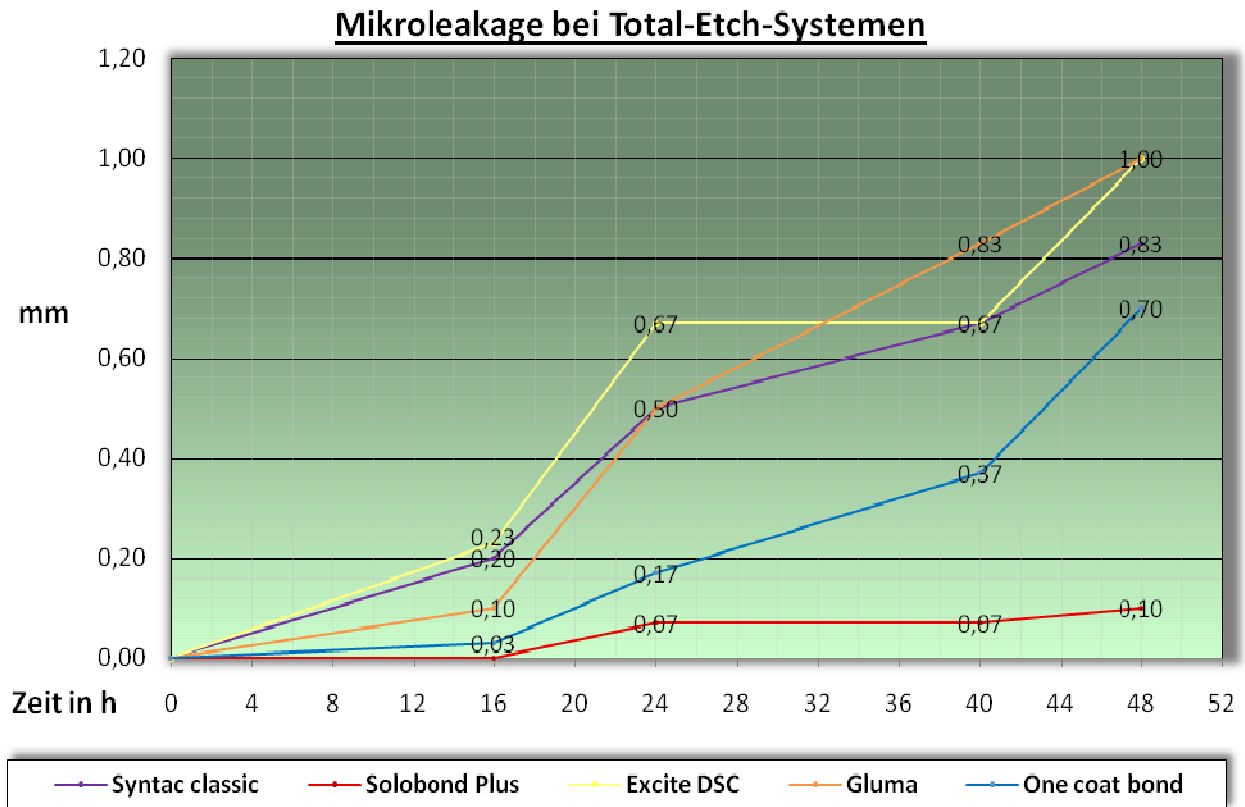


Abb. 28: Mikroleakage bei Total-Etch-Systemen am Rinderdentin

Die höchsten mittleren Eindringtiefen des Farbstoffes bei den **Total-Etch-Systemen** (Abb. 28) entstanden bei Excite DSC und Gluma mit jeweils 1,0 mm Eindringtiefe der Methylenblaulösung nach 48h. Danach reihten sich folgende Produkte in abfallender, aber nicht signifikanter Reihenfolge ein: Syntac classic mit 0,83 mm und One coat bond mit 0,70 mm mittlerer Eindringtiefe. Solobond Plus, mit der geringsten Eindringtiefe des Farbstoffes von 0,10 mm, unterschied sich signifikant nur von Gluma. Bereits nach 16h zeigten die adhäsiven Befestigungen mittels Excite DSC mit 0,23 mm, Syntac classic mit 0,20 mm und Gluma mit 0,10 mm tendentielle, aber nicht signifikante Verfärbungen (Tab. 43). Während sich alle anderen Systeme innerhalb der Versuchsdauer nicht statistisch signifikant verfärbten (Tab. 43-54), wurde nur bei Gluma zwischen 16h und 24h von 0,10 mm auf 0,50 mm ein signifikant schnelleres Vordringen des Farbstoffes beobachtet (Tab. 44). Kontinuierlich zunehmende Verfärbungen fanden bei Syntac classic und One coat bond statt. Bei Excite DSC und Solobond Plus konnte zwischen 24h und 40h kein weiteres Vordringen der Methylenblaulösung beobachtet werden, nachdem sich bei Excite DSC die Sichtfläche innerhalb der ersten 8h bereits ziemlich schnell verfärbt hatte. Mit deutlich geringerem Mikroleakage als die anderen Produkte dieser Gruppe hob sich das Adhäsiv Solobond Plus positiv ab.



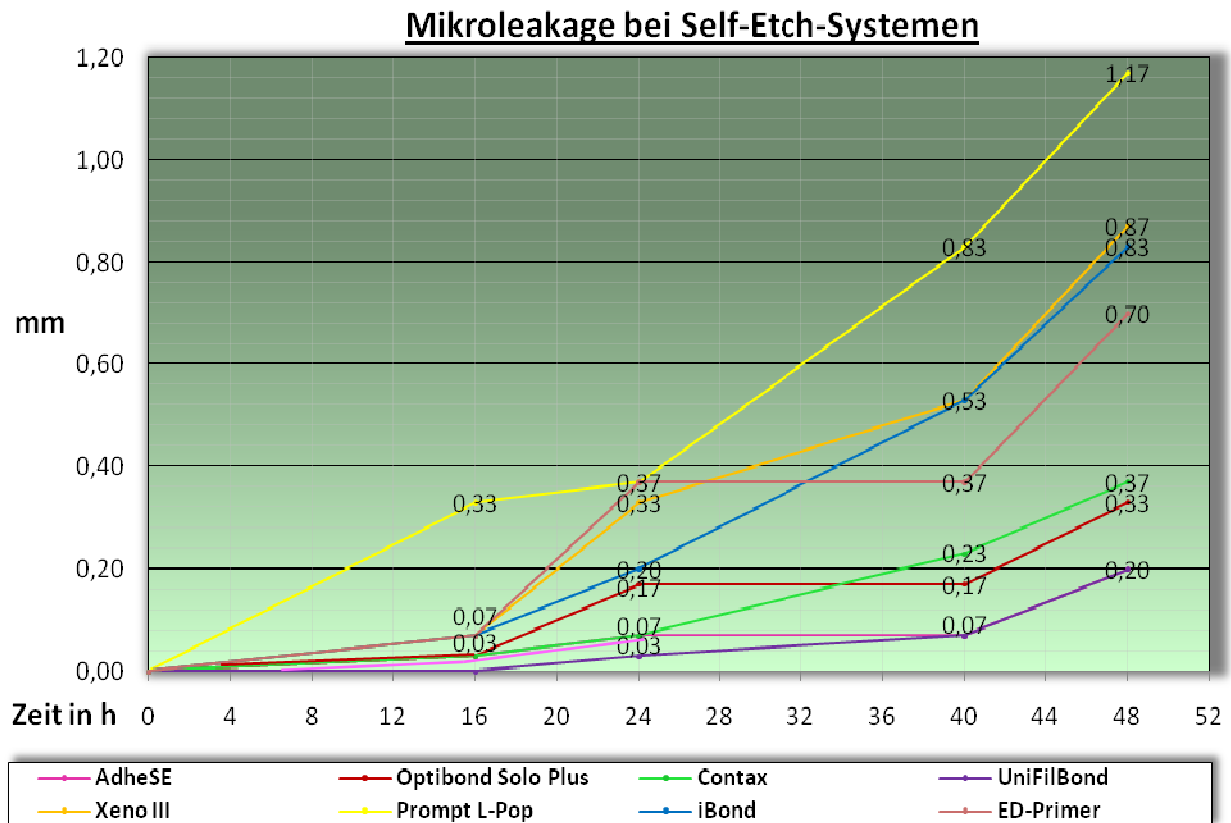


Abb. 29: Mikroleakage bei Self-Etch-Systemen am Rinderdentin

Bei den **Self-Etch-Systemen** (Abb. 29) waren im Vergleich zu den Total-Etch-Systemen bei einigen Präparaten geringere Eindringtiefen festzustellen, wobei sich vor allem Systeme mit Zwei-Schritt-Applikation, mit Ausnahme von Xeno III, von den All-in-One-Adhäsiven positiv abhoben. Am schlechtesten schnitt das Adhäsiv Prompt L-Pop ab, welches nach 48h eine Eindringtiefe von 1,17 mm erreichte. Es folgten in absteigender Reihenfolge, ohne sich voneinander signifikant zu unterscheiden, Xeno III mit 0,87 mm, iBond mit 0,83 mm, ED-Primer mit 0,70 mm, Contax mit 0,37 mm und Optibond Solo Plus mit 0,33 mm. Die geringste Eindringtiefe der Methylenblaulösung von 0,20 mm war bei den Zwei-Schritt-Systemen AdheSE und UniFil Bond zu beobachten.

## 6 Diskussion

Die verschiedenen Gruppen der Dentinadhäsive werden unter Einbeziehung der Literatur im Hinblick auf ihre Haftmechanismen, ihre Verbundfestigkeiten unter verschiedenen Bedingungen und ihre Langzeitstabilität miteinander verglichen und hinsichtlich ihrer Praxistauglichkeit bewertet.

### 6.1 pH-Wert-Messungen

Das ideale selbstätzende, selbstprimende Bondingsystem sollte genug säurehaltig sein, um durch Demineralisierung zu diffundieren, eine ca. 0,5 - 15 µm dicke Schmierschicht zu durchdringen und zugleich das darunter liegende intakte Dentin bis in eine angemessene Tiefe zu konditionieren (Toida et al. 1995). In letzter Zeit treten beim Einsatz von selbstätzenden Systemen mit sehr niedrigem pH-Wert wie Prompt L-Pop, Contax, Optibond Solo Plus und Xeno III allerdings einige Nachteile auf. Die Azidität scheint die Polymerisation nicht nur des Adhäsivs, sondern ebenso die des darüber liegenden Composite-Materials zu blockieren, besonders bei auto- oder dualpolymerisierenden Composites mit Initiator-Systemen auf der Basis tertiärer Amine. Außerdem ist eine erhöhte Porosität als Reaktion zwischen dem säurehaltigen Adhäsiv und dem Composite festzustellen (Lambrechts et al. 2001). Die hohe Azidität einiger selbstätzender Adhäsive kann auch Verätzungen an Zahnfleisch oder Schleimhaut hervorrufen, welche aber meist reversibel sind. Die Befürchtung, durch die Verwendung höher konzentrierter Phosphorsäure fände eine zu starke Demineralisation der Dentinstrukturen statt und nachfolgende Monomere könnten nicht mehr so tief infiltrieren, wurde durch REM-Untersuchungen nicht gestützt (Marx et al. 1998). Die Konditionierung mit niedrig konzentrierten organischen Säuren, vor allem Maleinsäure, die üblicherweise den Primern selbstkonditionierender Dentinhaftvermittler zugesetzt werden, führte hingegen zu einer sichtbar schlechteren Dentinanbindung (Van Meerbeek et al. 1994, Friedl et al. 1995). Es wurden neben einer deutlich reduzierten Anzahl von Kunststoffzotten auch Spalten in der Dentin-Composite-Grenzfläche beobachtet. Die Abbildungen 30-32 zeigen das Ergebnis der Dentinkonditionierung mit verschiedenen Säuren anhand des differentiellen Indifferenz-Kontrastes, der einen räumlichen Eindruck der Dentintubuli vermittelt. Das Dentin auf Abb. 31 wurde mit konventioneller Phosphorsäure behandelt. Bei der Maleinsäure (Abb. 30) und dem Phosphonsäure-

derivat (Abb. 32), welche wesentlich schwächere Säuren als die Phosphorsäure darstellen, ist eine deutlich geringere Anzahl eröffneter Dentintubuli ersichtlich, was die Aussagen von Van Meerbeek et al. (1994) und Friedl et al. (1995) bestätigt.

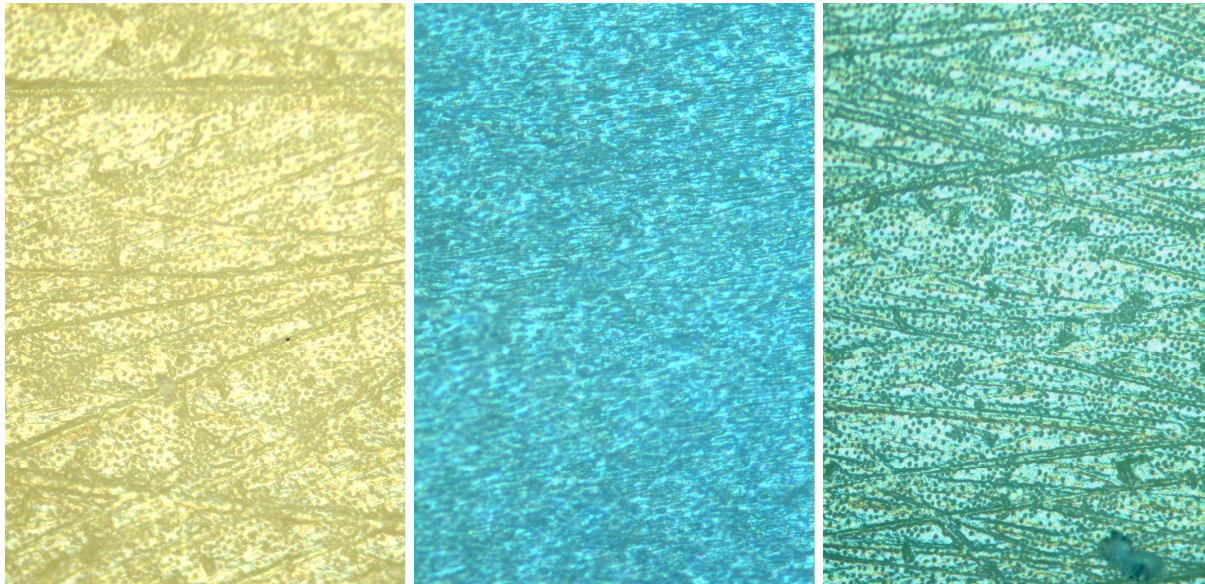


Abb. 30: Contax:  
Dentinkonditionierung mittels  
Maleinsäure (DIC 200 x)

Abb. 31: Dentinkonditionierung  
mittels 37 %iger Phosphorsäure  
(DIC 200 x)

Abb. 32: AdheSE:  
Dentinkonditionierung mittels  
Phosphorsäure (DIC 200 x)

Ein Vergleich der Haftfestigkeitswerte mit den pH-Werten der einzelnen Systeme lässt keinen eindeutigen Zusammenhang zwischen der Azidität und der Dentinretention erkennen. Das zeigen einerseits die weniger guten Scherhaftfestigkeiten des All-in-One-Adhäsivs Prompt L-Pop, welches den niedrigsten pH-Wert mit 1,1 aufwies, und dem Self-Etch-System mit Zwei-Schritt-Applikation Contax mit einem pH-Wert von 1,6. Außerdem könnte der sehr niedrige pH-Wert von 1,1 die Polymerisation des Adhäsivs, bzw. des Composites negativ beeinflussen. Andererseits schnitten die Zwei-Schritt-Adhäsive der Self-Etch-Technik Optibond Solo Plus und Xeno III mit einem pH-Wert von 1,7 beziehungsweise 1,8 bei adhäsiver Füllung am Dentin verhältnismäßig gut ab. Dass die pH-Werte von selbstkonditionierenden Monomerlösungen keine Rückschlüsse auf deren Dentinhaftung zulassen, bestätigten auch Tay und Pashley (2001) und Kaaden et al. (2002). Abbildung 33 zeigt das charakteristische Bild einer mit einem selbstkonditionierenden Adhäsivsystem behandelten Dentinoberfläche, wo trotz sehr niedrigem pH-Wert eine nicht ganz so ausgeprägte Ätzwirkung wie nach konventioneller Phosphorsäureätzung deutlich wird. Vermutlich können die Bestandteile solcher Systeme die Schichten demineralisierten Dentins nicht vollständig durchdringen (Frankenberger et al. 1996)

oder sie benetzen die freigelegten Dentinstrukturen nur unzureichend, da sie gemeinsam mit den Methacrylaten des Adhäsivs appliziert werden (Tinschert et al. 1997). In Gegenüberstellung dazu kommt in Abbildung 34 die sichtbar bessere Ätzwirkung mit konventioneller Phosphorsäure zur Darstellung.

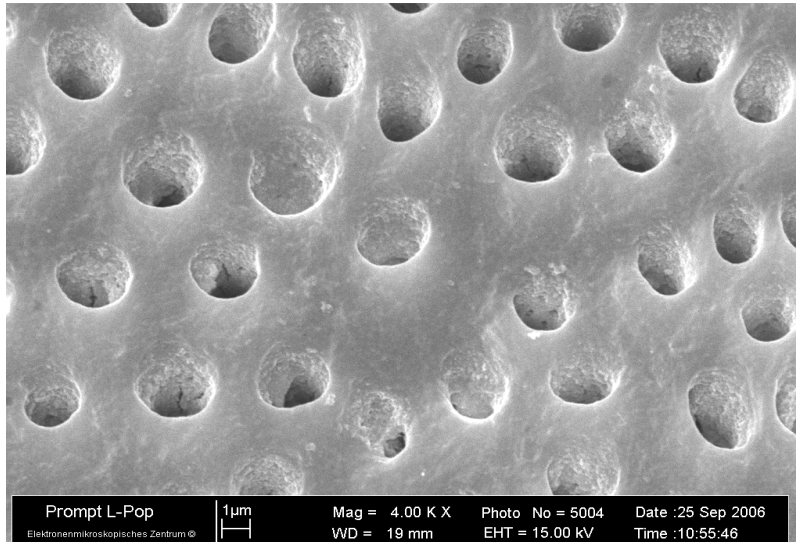


Abb. 33: REM-Aufnahme einer Dentinoberfläche nach Konditionierung mit selbstkonditionierendem Bondingsystem Prompt L-Pop mittels Phosphorsäureester: Der smear layer ist entfernt, die Dentintubuli sind eröffnet, es befinden sich aber noch Reste der Schmierschicht im Tubulus. (4000-fache Vergrößerung)

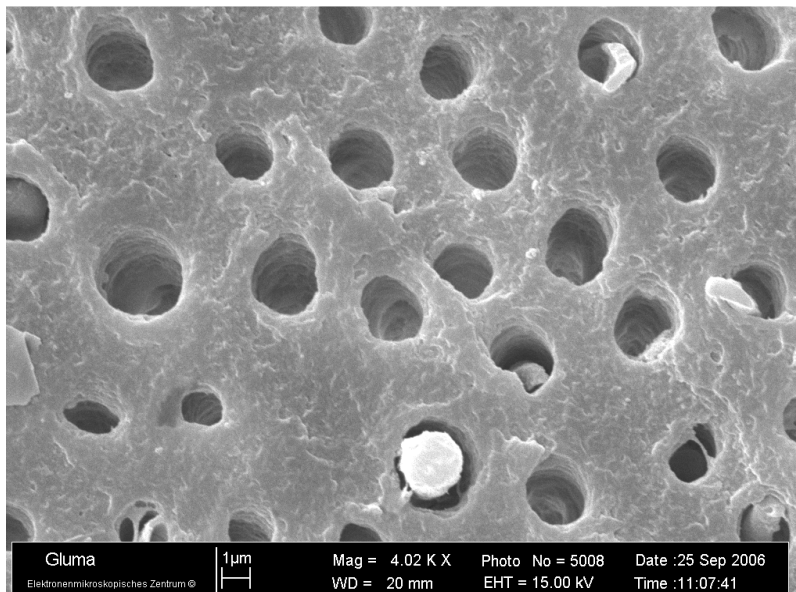


Abb. 34: REM-Aufnahme einer Dentinoberfläche nach konventioneller Phosphorsäurekonditionierung: ausgeprägte Ätzwirkung mit tieferer Freilegung der Dentintubuli und des Kollagennetzwerkes. (4000-fache Vergrößerung)

Im Vergleich dazu lag die Azidität der Primer- beziehungsweise der Primer/Adhäsivlösungen von Total-Etch-Systemen mit einem pH-Wert von 2,5 bei Syntac classic am niedrigsten. Auffällig war außerdem, dass das Total-Etch-System Excite DSC, welches demgegenüber den höchsten pH-Wert von 4,8 aufwies, sich im unteren Drittel der Scherhaftfestigkeitswerte bewegte. Hier liegt die Vermutung nahe, dass die Ätzdauer mit Phosphorsäure, Agenzien und pH-Wert des Bondings, neben der kurzen Applikationszeit, nicht optimal aufeinander abgestimmt sind.

## 6.2 Scherhaftfestigkeit am Dentin von Rinderzähnen

Zur Überprüfung der Haftung von Adhäsivsystemen gibt es verschiedene Möglichkeiten (Scherversuch, Zugversuch, Ausstoßversuch, Miniaturzugversuch in Sanduhrform oder in Stäbchen-Form). Für diese Arbeit ist der gut standardisierte Scherversuch gewählt worden, da er relativ schnell und einfach durchzuführen ist und weil sehr viele Vergleichsstudien existieren (Oilo 1993, Chan et al. 1997, Wilder et al. 1998). Nachteile dieses Versuches sind Kerbspannungen, die beim Abscheren entstehen können sowie die Möglichkeit von Dentinausrissen bei Scherspannungen  $>15$  MPa. Unberücksichtigt bleibt beim Scherversuch die Polymerisations-schrumpfung. Dennoch lässt sich anhand der in Scherprüfungen ermittelten Verbundfestigkeiten das Potential eines Dentinadhäsivs bzw. des zugrundeliegenden Verbundmechanismus ablesen, indem verschiedene Präparate einander gegenübergestellt werden. Generell können niemals Werte aus methodisch verschiedenen Untersuchungen miteinander verglichen werden; die verfahrensspezifischen Unterschiede können wesentlich größer sein als die Unterschiede zwischen den einzelnen Präparaten (Ernst 2001).

Es ist bekannt, dass eine erhebliche Differenz zwischen den in vitro und in vivo gemessenen Adhäsivkräften und den errechneten Kräften besteht. Somit werden für eine Ionenbindung beispielsweise um 5000 MPa, für eine Wasserstoffbrückenbindung ca. 500 MPa und für Dipolbindungen ungefähr 200 MPa Haftkraft beschrieben (Bischof und Possart 1983). Experimentell werden bei adhäsiven Klebeverbindungen demgegenüber allerdings sehr viel geringere Werte ermittelt. Dies zeigt, dass die unzweifelhaft bestehende Adhäsionsfähigkeit von Werkstoffen noch lange nicht real in die Praxis umzusetzen ist. Göbel und Welker (1996) schlussfolgerten aus klinischen Erfahrungen und experimentell ermittelten Ergebnissen, dass experimentelle Verbundfestigkeiten über 10 MPa bei der hier angewandten Prüfmethode einschließlich experimenteller Stressung den durchschnittlichen Belastungen in der Mundhöhle auf längere Zeit gewachsen sind.

### 6.2.1 Adhäsive Füllung ohne Opaker

Bei den Untersuchungen der Adhäsive für die **Total-Etch-Technik** zeigten nach 24h Lagerung die Mehr-Flaschen-Bonding-Systeme Syntac classic und Solobond Plus, die mit einer getrennten Primer- und Adhäsivapplikation arbeiten, geringere

Wertestreuungen als die All-in-One-Adhäsive Excite DSC, Gluma und One coat bond. Ähnliche Ergebnisse fanden auch Tjan et al. (1996), Inoue et al. (2001) und Moll et al. (2002a).

Mittelwerte über 10 MPa erreichten nur die beiden Adhäsive Gluma und One coat bond, während die Systeme mit Drei-Schritt-Applikation geringere Werte erzielten. Aus werkstoffkundlicher Sicht ist dies weniger plausibel, da bei den All-in-One-Adhäsiven die Vereinigung der Eigenschaften Penetrationsfähigkeit und mechanische Stabilität einen Kompromiss darstellt und dadurch nicht beide Eigenschaften gleichwertig repräsentiert sein können (Eick et al. 1997, Frankenberger et al. 1999). Dementsprechend finden sich bei dieser Adhäsivgruppe in der Literatur ungünstigere Haftwerte (Mason et al. 1996, Frankenberger et al. 1998a, Miyazaki et al. 1998).

Im Gegensatz zum guten Abschneiden der beiden Ein-Flaschen-Systeme stand Excite DSC, welches den mit Abstand schlechtesten mittleren Haftwert und mit 36 % relativer Standardabweichung die höchste Streuung der Haftwerte erzielte. Obwohl bei diesem System wie bei Gluma und One coat bond das Dentin in derselben Weise vorbehandelt wird, liegt sein schlechtes Abschneiden eventuell in einer im Vergleich zu den anderen Adhäsiven sehr kurzen Applikationsdauer, die der Hersteller auf nur 10 Sekunden einschränkt. Dadurch bleibt dem Adhäsiv wenig Zeit, in die durch Säurekonditionierung geschaffenen Hohlräume einzudringen, die Dentinstrukturen mit den hydrophilen Monomeren vollständig zu infiltrieren und eine genügend stabile Hybridschicht auszubilden. Die Benetzung des peri- und intertubulären Dentins wird vermutlich außerdem durch die Siliziumdioxidpartikel, die dem Adhäsiv als Füllkörper beigemischt sind, erschwert. Da nur eine Schicht kurz aufgetragen wird, besteht während des Verblasens der Adhäsivschicht die Gefahr der lateralen Verdrängung, wodurch das aufgetragene Composite unmittelbar auf die Hybridschicht oder in die Dentintubuli gelangt (Tay 2003). Das Lösungsmittel Ethanol benötigt ebenfalls eine genügend Zeitspanne um zu verdunsten; ansonsten behindert es die Haftung zum Dentin (Blunck 2004).

Bei den **Self-Etch-Systemen** konnten ebenfalls nur 2 von 7 untersuchten Systemen mittlere Scherhaftfestigkeiten über 10 MPa erreichen: Das All-in-One-Adhäsiv iBond mit 12,0 MPa und das Zwei-Schritt-Applikations-System UniFil Bond mit 10,8 MPa. Im Gegensatz zu Literaturaussagen, dass All-in-One-Adhäsive weniger wirksam

abschneiden als Total-Etch-Systeme oder Self-Etch-Systeme mit Zwei-Schritt-Applikation (Frankenberger et al. 2001, Inoue et al. 2001, Kaaden et al. 2002), schnitt iBond bei dieser Versuchsmethodik am besten ab. Auffällig war auch die geringe relative Streuung von  $s \% = 19$ , die sich von allen anderen Präparaten positiv abhob.

Die Zeitersparnis, die mit dem Zusammenfassen der Adhäsivkomponenten erreicht werden soll, fiel bei diesem Adhäsiv allerdings nicht ins Gewicht, da die zweimalige Schichtenapplikation à 30 Sekunden geraume Zeit beanspruchte.

Mit deutlich niedrigeren Scherhaftwerten ordnete sich das anmischbare All-in-One-Adhäsiv Prompt L-Pop ein, welches nur eine mittlere Verbundfestigkeit von 4,4 MPa aufwies. Wie bei Excite DSC könnte auch hier die einmalige Applikationsschicht, die nur 15 Sekunden aufgetragen werden soll, verantwortlich sein. Diese vom Hersteller vorteilhaft gemeinte Verarbeitungszeit wirkt sich wohl eher nachteilig auf den Haftverbund aus.

Bei selbstkonditionierenden Systemen wird in der Literatur über das Phänomen der Nanoleakage berichtet (Li et al. 2001, 2002). Dieses scheint anders als bei den Total-Etch-Systemen nicht von einer unvollständigen Hybridisierung herzurühren, sondern von einer Behinderung der Polymerisation durch nicht vollständig entferntes Lösungsmittelwasser (Tay et al. 2002a). Hinzu kommt, dass bei All-in-One-Adhäsiven, bei denen nur eine Monomerlösung appliziert wird, das Phänomen einer semipermeablen Membran diskutiert wird. Dabei tritt Wasser sehr schnell aus dem Dentinliquor an die Oberfläche und beeinträchtigt dadurch die Adaptation des hydrophoben Composites (Tay et al. 2002b).

Auffällig war bei Prompt L-Pop außerdem, dass die Viskosität dieses Systems im Vergleich zu den Konkurrenzprodukten ziemlich hoch war, was bedeutet, dass ein ausreichendes Eindringen in die konditionierte Zahnhartsubstanz womöglich beeinträchtigt wird (Blunck 2005). Ähnliche Haftfestigkeitswerte von Prompt L-Pop am Dentin von 5,6 MPa fanden Rosa et al. (1999). Oberländer et al. (1999) untersuchten die Haftwerte vier verschiedener Compomere in Verbindung mit Prompt L-Pop. Die Werte reichten am Dentin von 3,7 MPa bis 12,2 MPa.

Bei den eigenen Untersuchungen war die Prüfkörperherstellung bei Prompt L-Pop besonders schwierig, da sich die Prüfkörper unmittelbar beim vorsichtigen Abnehmen der Formhilfen häufig wieder lösten. Dies zeugt von einer niedrigen initialen Haftkraft. Eine Beschädigung der Verbunde, die das Abnehmen der

Formhilfen überstanden, fand nach eingehender visueller Kontrolle nicht statt, so dass die niedrigen Scherhaftfestigkeitswerte nicht daraus resultieren können.

Bei den Zwei-Schritt-Systemen schnitt das gefüllte AdheSE mit 4,8 MPa am schlechtesten ab. Obwohl die Viskosität von Self-Etch-Primer und Adhäsiv nicht sehr hoch einzuschätzen ist, könnte die kurze Einwirkzeit des Bondings für die niedrigen Haftwerte verantwortlich sein und der Gefahr der lateralen Verdrängung Vorschub geleistet haben.

Insgesamt konnte in den eigenen Scher-Prüfungen kein eindeutiges Ranking zwischen Total-Etch-Systemen und Self-Etch-Systemen festgestellt werden, da von den verschiedenen Untergruppen jeweils hohe und auch niedrige Werte erzielt wurden. Allerdings überzeugten die Total-Etch-Systeme durch geringere Wertestreuungen, die für die Güte eines Produktes sprechen.

### **6.2.2 Adhäsive Füllung mit Opaker**

Die Monomere des Adhäsivs haben die Fähigkeit mit den Monomeren des Primers zu copolymerisieren und stellen somit ein Verbindungsglied zum aufpolymerisierten Composite dar. Sie ebenen gleichzeitig die aufgerauhte Oberfläche der Zahnhartsubstanzen ein und verhindern Blaseneinschlüsse (Schäfer 1999). Dies setzt eine ausreichende Dicke der Bondingschicht voraus.

Bei Kontakt zum Sauerstoff der Luft bilden Composite während der Polymerisation eine Inhibitionsschicht aus (Lutz et al. 1993, Söderholm 1995, Charlton 1996). Bonding-Schichten mit einer Dicke unter 15 µm zeigten eine totale Inhibition der Polymerisation, was klinisch einen unzureichenden Verbund zum aufgetragenen Kunststoff zur Folge hatte (Erickson 1994). Demnach sollte die Bonding-Schicht eine Mindeststärke aufweisen und nicht mit dem Luftbläser exzessiv verblasen werden. Einige Hersteller statten ihre Produkte deshalb mit Füllkörpern aus, um diese Ausdünnung zu verringern und eine Stabilisierung der Bondingschicht zu erreichen. Feilzer et al. (1987) fanden heraus, dass durch eine elastische Pufferschicht mögliche Schrumpfungsspannungen reduziert werden. Durch das Einbringen einer Opakerzwischenschicht wurde in Versuchsreihen dieser Arbeit der ausreichenden Bondingschichtdicke entsprochen und gleichzeitig eine elastische Pufferschicht geschaffen.



Schrumpfungsspannungen kommen auch durch ein ungünstiges Verhältnis von geklebten zu freien Compositeflächen zustande (hoher Configuration factor). Eine Kompensation der Polymerisationsschrumpfungen an freien Oberflächen ist weniger möglich, und es kommt zu einem Spannungsaufbau am Restaurationsrand (Rathke 2002). Der notwendige Ausgleich der Spannungen kann durch eine elastische Verformung des Adhäsivs erfolgen oder durch vorherige Applikation eines fließfähigen Composites. Dem entspricht in der vorliegenden Arbeit der Opakerkunststoff mit seinem geringen Elastizitätsmodul. Der Opaker diente bei den Scherhaftversuchen dieser Arbeit mit einer Schichtstärke von 20 bis 200 µm als Bindeglied zwischen dem Adhäsiv und dem Composite.

Nach allgemeiner Vorstellung besteht die Funktion eines Opakers in der Farbabdeckung von Metallgerüstteilen und er ist, wie ein Verblendkunststoff, auf Diacrylat-Basis aufgebaut (Göbel und Musil 1998).

Bei den **Total-Etch-Systemen** konnten in den eigenen Untersuchungen durch die Opakerzwischenschicht ohne Ausnahme tendentiell, aber nicht signifikant höhere Scherhaftfestigkeiten erzielt werden. Dies trifft vor allem auf Excite DSC zu, dessen Haftwerte dennoch am niedrigsten ausfielen. Die Haftfestigkeitsdifferenzen von bis zu 1,2 MPa wurden vermutlich durch die Verdickung und Stabilisierung der Bondingschicht erzeugt. Die Gefahr der lateralen Verdrängung des Bondingmaterials wurde gering gehalten und die Schrumpfungsspannungen mit Hilfe des Opakers („stress-breaker“-Funktion) reduziert.

Bei Xeno III, einem Zwei-Schritt-Applikations-System der **Self-Etch-Gruppe**, betrug die Haftfestigkeitszunahme durch den Opaker sogar signifikante 4 MPa. Wiederum überzeugte das One-Bottle-Adhäsiv iBond mit dem höchsten Haftwert von 11,9 MPa bei dieser Messreihe, obwohl der Haftwert mit Opakerschicht sich nicht signifikant von dem ohne Opaker unterschied. Trotz gering höherer Haftfestigkeitswerte um 0,4 MPa schnitt Prompt L-Pop erneut am schlechtesten von allen getesteten Systemen ab.

Es gab allerdings auch 3 Systeme mit Zwei-Schicht-Applikationstechnik, bei denen eine Opakerzwischenschicht bestenfalls tendentiell (also nicht signifikant) geringere Haftfestigkeiten hervorrief. Dabei handelte es sich um Optibond Solo Plus, Contax und UniFil Bond. Bei diesen Systemen könnten Inkompatibilitäten der Haftkomponenten des Adhäsivs und des Opakers eine Rolle gespielt haben. Aus

diesem Grund werden von den Herstellern genau auf die Adhäsive abgestimmte und kompatible Composite empfohlen, da sonst die Leistungsfähigkeit eines Adhäsivsystems negativ beeinflusst werden kann (Krejci et al. 1995).

Insgesamt erreichten unter den gegebenen methodischen Bedingungen mit Opaker fünf von zwölf (bei den Self-Etch-Systemen iBond, Xeno III und UniFil Bond; bei den Total-Etch-Systemen Gluma und One coat bond) untersuchten Dentinadhäsiven Haftwerte über 10 MPa, wobei eine einzelne Produktgruppe dabei nicht hervorgehoben werden kann.

### 6.2.3 Befestigung von Prüfkörpern

Die Verbunde zwischen den bereits auspolymerisierten Kunststoff-Zylindern und dem Befestigungscomposite sind nach Janda (1992) rein physikalischer Art, obwohl eine chemische Verbindung durch eine Anpolymerisation nicht ausgeschlossen wird. In die vorher durch Korundstrahlpartikel geschaffenen Mikrostrukturen der Prüfkörper kann das niedrig visköse, fließfähige Composite hineinpenetrieren und bei der Polymerisation, unter welcher es selbst in hochmolekulare Netzverbindungen überführt wird, eine feste Verankerung mit dem Kunststoff-Zylinder eingehen.

Zuvor wurde das Adhäsiv separat photopolymerisiert, da sich dadurch die Verbundfestigkeiten zum Dentin im Vergleich zur simultanen Härtung hochsignifikant steigern sollen (McCabe und Rushby 1994, Frankenberger et al. 1998b). Der Nachteil dieser Technik besteht allerdings in einer Verbreiterung der Klebefuge und der damit verbundenen klinisch mangelhaften Passfähigkeit der zu befestigenden Restauration in der Kavität. Aufgrund der unterschiedlichen Schichtstärken der einzelnen Adhäsive kann eine generelle Empfehlung zugunsten der separaten Photopolymerisation nicht gegeben werden.

Die Ergebnisse der mittels **Total-Etch-Adhäsiv-Systemen** befestigten Prüfkörper zeigten bis auf Excite DSC und Solobond Plus signifikante Verschlechterungen im Vergleich zur adhäsiven Füllung. Die größte Differenz von 7,5 MPa war bei Gluma zu verzeichnen, welches bei der direkten Füllung am besten abschnitt. Das beste Ergebnis von 6,7 MPa wurde von dem Drei-Schritt-System Solobond Plus erzielt.

Der für klinische Langzeitergebnisse angestrebte Wert von 10 MPa wurde von keinem der Adhäsivsysteme dieser Gruppe erreicht. Offensichtlich scheint das Befestigungscomposite, anders als die Opakerzwischenschicht bei direkten

Restaurationen, den schwächenden Teil der Klebeverbindung darzustellen, da die Überprüfung der Frakturarten für alle Systeme adhäsive Versagensmuster an der Grenzfläche zum Dentin ergaben. Im Falle der direkten plastischen Füllung wird das Composite direkt auf die Bondingsschicht aufpolymerisiert, was die besseren Haftwerte erklären lässt. Die eigenen Ergebnisse stehen konträr zu denen von Frankenberger et al. (1998b), die mittels konisch modifiziertem Extrusionsversuch mit der indirekten Variante eine signifikant bessere Dentinhaftung erzielten als bei der direkten Füllung. Diskutiert wurde dabei der Konfigurationsfaktor, welcher das Verhältnis von gebundener zu ungebundener Compositeoberfläche wiedergibt. Er liegt bei der indirekten Füllungstechnik um ein Vielfaches höher (Feilzer et al. 1987, Haller et al. 1991), weil das eingebrachte Befestigungscomposite weniger freie Oberfläche aufweisen kann, von der aus es zur Kavitätenwand schrumpfen kann. Daraus ist zu folgern, dass der höhere Konfigurationsfaktor bei der indirekten Versorgung effektiver in Erscheinung tritt als die Volumenschrumpfung des bei der plastischen Füllung eingebrachten Composites. Allerdings spielt in vorliegender Arbeit der C-Faktor eine eher untergeordnete Rolle, da das Composite während des Polymerisationsvorganges direkt auf das Dentin auf schrumpfen kann und keine direkte Analogie zu praxisnahen Spannungszuständen besteht. Bei den herkömmlichen Abscherversuchsanordnungen ist der Konfigurationsfaktor bei ca. 0,2 angesiedelt, während in einer Kavität im Mund des Patienten Werte von 2,0 und mehr erreicht werden (Haller et al. 1991, Patierno et al. 1996).

Die Ergebnisse der **Self-Etch-Systeme** fielen im Vergleich zu den Total-Etch-Systemen keinesfalls besser aus. Allerdings konnten hierbei Prompt L-Pop und iBond, Systeme mit Ein-Schritt-Applikation, mit Ausnahme von ED-Primer, ähnliche Werte erzielen wie Syntac classic und Excite DSC. Bei den beiden Zwei-Schritt-Systemen Optibond Solo Plus und Contax wurden nur Mittelwerte um 2 MPa gemessen, woraus sich keineswegs auf eine längere klinische Gebrauchsperiode schließen lässt. Wie bei den Total-Etch-Systemen bestanden bei den selbstkonditionierenden Systemen große Wertedifferenzen zur direkten Füllung, bei Optibond Solo Plus und Contax am stärksten.

Insgesamt lässt sich erkennen, dass die Dentinhaftkraft der All-in-One-Systeme bei dieser Art der Befestigung geringer als bei Total-Etch-Systemen war, die Ein-Schritt-Systeme aber die Werte der Zwei-Schritt-Systeme übertrafen.

### 6.3 Scherhaftfestigkeit am Dentin von Rinderzähnen nach Wechsellast

Dentin-Composite-Verbunde sind Alterungsprozessen unterworfen, die mit einer Quellung der Dentinadhäsive durch Wasseraufnahme erklärt wird (Kunzelmann et al. 1993). Auch die ungleiche thermische Expansion von Zahn und Composite führt teilweise zum Lösen der adhäsiven Haftung. Burrow et al. (1993) erkannten anhand von Langzeitstudien Veränderungen in den Frakturmodi: Initial nach Füllungslegung dominierten adhäsive Frakturen auf den Zahnoberflächen, nach Langzeitlagerung waren hingegen die Hybridschichten stärker in das Frakturgeschehen involviert. Dies zeigt, dass vor allem die Stabilität der Hybridschicht mit der Zeit abnehmen kann.

Als weitere mögliche Ursache für eine zeitlich begrenzte Haftung werden nach Haller et al. (1993), Gwinnett (1994a), Frankenberger et al. (1998a) und Spencer und Swafford (1999) durch Hydrolyse zerstörten Kollagenfasern gesehen. Garcia-Godoy und Finger (1993) konnten mit traditionellen Untersuchungsmethoden in 75 % aller Fälle keine exakte Lokalisation von Randspalten finden. Das bestätigt, dass diese Art der Undichtigkeiten im Nanometerbereich liegt und auf Penetrationswegen innerhalb der Hybridschicht beruht. Dieses Phänomen ist unter dem Begriff Nanoleakage bekannt und wurde von Sano et al. 1995 eingeführt. Die Festigkeit der Hybridschicht hängt im Wesentlichen von der Eigenfestigkeit und vom Zustand der Kollagenfasern, vom Fließverhalten der applizierten Monomere sowie von ihrem Polymerisationsgrad ab (Haller 1997). Folglich zeigen unvollständig mit Monomeren imprägnierte Hybridschichten geringe Langzeitstabilität, welche sich vor allem nach thermischer Wechselbelastung bemerkbar macht (Van Meerbeek et al. 1999).

#### 6.3.1 Adhäsive Füllung ohne Opaker

Die eigenen Untersuchungen der Scherhaftfestigkeiten nach Thermocycling ergaben mit Ausnahme von Solobond Plus und Gluma, bei allen **Total-Etch-Systemen** einen zum Teil drastischen Rückgang der Verbundfestigkeit. Trotzdem behielt ein Adhäsiv der Systeme mit Zwei-Schritt-Applikation, Gluma, Haftungen am Dentin von über 10 MPa. Damit übertraf es die Systeme mit konventioneller Drei-Schritt-Applikation Syntac classic und Solobond Plus, deren Haftwerte sich um ca. 6 MPa bewegten. Allerdings muss ein übereinstimmender Wirkmechanismus nicht mit ähnlichen Haftwerten korrelieren: Excite DSC erreichte bei den Zwei-Schritt-Systemen nach

Wechselast nur mittlere Scherhaftfestigkeiten von 1,8 MPa. Dies ist wahrscheinlich, wie weiter oben beschrieben, auf die mangelhafte Ausbildung einer stabilen Hybridschicht durch zu kurze Applikationszeit und durch die vergleichsweise höhere Viskosität des Bondings zurückzuführen. Anhand von Langzeitversuchen in vitro wurden auch von Miyazaki et al. (1998) und Frankenberger (2002) im Vergleich zu den Initialfestigkeiten adhäsiv gefüllter Prüfkörper schlechtere Prognosen für die Haftfestigkeit und das Randverhalten bestätigt. Die Ergebnisse zeigen, dass von den Total-Etch-Systemen das Adhäsiv Gluma für einen dauerhaften Verbund zur Zahnhartsubstanz unter Mundmilieubedingungen am besten geeignet ist.

Die Werte nach Wechselast bei den **Self-Etch-Systemen** zeigten ähnliche Verteilungen wie die der Total-Etch-Systeme. Bis auf Optibond Solo Plus, iBond und UniFil Bond nahm die Haftkraft nach Wechselast erheblich ab. Jeweils ein Adhäsiv mit getrennten Applikationsschritten von Self-Etch-Primer und Bonding und ein One-Bottle-Adhäsiv erreichten nach thermischer Stressung noch Werte über 11 MPa: UniFil Bond mit 11,7 MPa und iBond mit einer mittleren Scherhaftfestigkeit von 11,3 MPa. UniFil Bond zeigte als einziges System sogar eine Tendenz zur Haftsteigerung. Wahrscheinlich ist dies auf eine Systemstabilisierung, Ausbildung einer effektiven Hybridschicht und auf Quellungsvorgänge innerhalb der Compositeschicht zurückzuführen. Insgesamt fielen die Verbundfestigkeiten der Self-Etch-Systeme im Vergleich zu den Total-Etch-Systemen aber niedriger aus.

Li et al. (2001, 2002) berichteten auch bei selbstkonditionierenden Systemen über das Phänomen der Nanoleakage. Anders als bei den Total-Etch-Systemen scheint dies nicht von einer unvollständigen Hybridisierung herzurühren, sondern von einer Polymerisationsbehinderung durch nicht vollständig entferntes Lösungsmittelwasser (Tay et al. 2002a, 2002b). Die herabgesetzten Haftfestigkeiten beruhen demnach auf einer Zunahme der Nanoleakage im Laufe der Zeit durch hydrolytische Degradationsprozesse (Okuda et al. 2002, Takahashi 2002). Dies kommt nach Watanabe und Nakabayashi (1993) durch langsame Hydrolyse des organischen Teils der hybridisierten Schmierschicht zustande. Nach der Polymerisation der hydrophilen Monomere ist das Polymer stark ionisch und zeigt eine höhere Wasseraufnahme, die sich nach einiger Zeit durch eine Reduktion der Haftfestigkeit auswirken kann. Besonders selbstprimende Systeme, bei denen nur eine einzige Schicht verwendet wird, weisen das erhöhte Risiko der Bildung einer zu dünnen Schicht mit trockenen Stellen auf. Diese Erkenntnis deckt sich mit den eigenen

Untersuchungsergebnissen, nach denen das All-in-One-System Prompt L-Pop und das Zwei-Schritt-Applikationssystem AdheSE, welche nur eine Schichtenapplikation beinhalten, am schlechtesten abschnitten.

### 6.3.2 Befestigung von Prüfkörpern

Die Ergebnisse nach Abscherung adhäsiv befestigter Prüfkörper ergaben mit Ausnahme von Gluma bei allen anderen Systemen der **Total-Etch-Technik** nach Termocycling signifikant schlechtere Werte. Entgegen der allgemeinen Erkenntnis, dass die aufwendigeren Drei-Schritt-Systeme bessere Haftfestigkeiten erzielen, zeigten die Ein-Flaschen-Adhäsive Gluma und Excite DSC in den eigenen Untersuchungen die Tendenz zu höheren Werten. Allerdings lagen die Verbundfestigkeiten weit unter dem erforderlichen Wert von 10 MPa. Kein signifikanter Werteunterschied wurde bei Gluma festgestellt, welches vor und nach Temperaturwechsellast stets schlechte Werte aufwies. Ursächlich kann auch hier auf die schon beschriebene Nanoleakage verwiesen werden, die den Dentin-Adhäsiv-Verbund in seiner Langzeitstabilität erheblich schwächen kann.

In der Literatur wird außerdem ein Einfluss des Befestigungscomposites auf die Haftfestigkeit geltend gemacht (Rosin et al. 2003, Schönbrodt et al. 2003). Das Versagen während der Abscherung ereignete sich generell zwischen dem Befestigungscomposite und der Dentinoberfläche, was auch von Paschal und Burgess (1995) und von Ngoh et al. (2001) beobachtet wurde. Es ist bekannt, dass der Verbund von Materialien mit unterschiedlichen mechanischen Eigenschaften hohe Spannungskonzentrationen an der Grenzfläche erzeugen kann, sobald das System, sei es durch thermische Stressung oder durch mechanische Beanspruchung, belastet wird. Solche Konzentrationen werden umso kritischer, je größer die parameterbezogenen Unterschiede zwischen den beiden Materialien sind (Prisco et al. 2003). In den vorliegenden Untersuchungen überwiegt somit die Affinität des Befestigungsmaterials zum Probekörper aus Composite, was eine Verbesserung des Verbundes zwischen der Grenzfläche Dentin-Befestigungscomposite wünschenswert erscheinen lässt.

Im Vergleich zu den Dentinhaftvermittlern mit Total-Etch-Konzept konnten die **Self-Etch-Systeme** keinesfalls mit höheren Haftfestigkeiten überzeugen. Nach der Belastung im Temperaturwechselbad ergab sich ebenfalls ein mehr oder weniger ausgeprägter Rückgang der Dentinhaftung. Dies fanden auch Marx et al. (1998).

Solch ein Ergebnis ist nach den ohnehin schon niedrig ausgefallenen Scherhaftfestigkeits-Werten bei Abscherung adhäsiv befestigter Prüfkörper vor Wechsellast unter klinischen Gesichtspunkten nicht akzeptabel. Im Mundmilieu ist also offensichtlich schon nach kurzer Zeit mit einem beträchtlichen Verlust an Dentinhaftung zu rechnen, wobei bei den All-in-One-Produkten Prompt L-Pop und ED-Primer mehr als 50 % ihrer initialen Haftfestigkeit verloren gingen. Die geringsten mittleren Scherhaftfestigkeiten wurden bei den Zwei-Schritt-Systemen Solobond Plus und Contax gemessen, die noch nicht einmal 1 MPa erreichten. Die vergleichsweise höchste Verbundfestigkeit erreichte iBond, obgleich der Mittelwert von 3,1 MPa den klinischen Erwartungen nicht zu entsprechen vermag.

Eine Gegenüberstellung der verschiedenen Anbindungskonzepte lässt trotzdem die begründete Vermutung zu, dass Self-Etch-Systeme insgesamt auf Stress anfälliger als die aufwendigeren Total-Etch-Systeme reagieren.

Als weiterer Faktor für die schlechteren Ergebnisse nach künstlicher Alterung ist die Wasseraufnahme der Befestigungscomposite-Schicht selbst zu diskutieren. Durch den geringeren Füllkörpergehalt stellt sie, selbst wenn der Spalt 100 µm nicht überschreiten sollte, eine Schwachstelle dar. Sie quillt durch Auflockerung der Polymerstrukturen schneller auf als die stopfbaren, mehr anorganische Füllstoffe enthaltende Composite. Neben der Hydrolyse an freiliegenden, nicht vollständig imprägnierten Kollagenfasern schränken die Quellvorgänge der Composite-Schicht die Langzeitstabilität des Dentin-Composite-Verbundes erheblich ein.

## **6.4 Scherhaftfestigkeit am Dentin von menschlichen Zähnen**

Obwohl Schilke et al. (1999) koronales Rinderdentin aufgrund der größeren Klebeflächen als geeignetes Ersatzmaterial für humanes Dentin empfehlen und es auch weitgehend analoge Eigenschaften zu diesem aufweist (Esser et al. 1989), wurden in der vorliegenden Arbeit aus Vergleichs-Gründen einige ausgewählte Adhäsive an menschlichen Zähnen derselben Untersuchungsmethodik unterzogen.

### **6.4.1 Adhäsive Füllung ohne Opaker**

Bei dieser Versuchsmethode wurden bei Rinder- und Menschenzähnen ähnliche Ergebnisse beobachtet. Die Haftfestigkeit der beiden Ein-Flaschen-Systeme Gluma und iBond unterschieden sich wenig und nicht signifikant von denen der Rinderzähne. Bei dem Mehr-Flaschen-System Syntac classic wurde an

menschlichem Dentin ein Werteunterschied von ca. 2 MPa zum Rinderdentin festgestellt, wobei dieser nicht signifikant war. Ursache für diese Differenz könnte neben der methodischen Varianz die morphologische Variabilität (Abb. 35) des Dentins sein (Duke und Lindemuth 1991, Heymann und Bayne 1993).

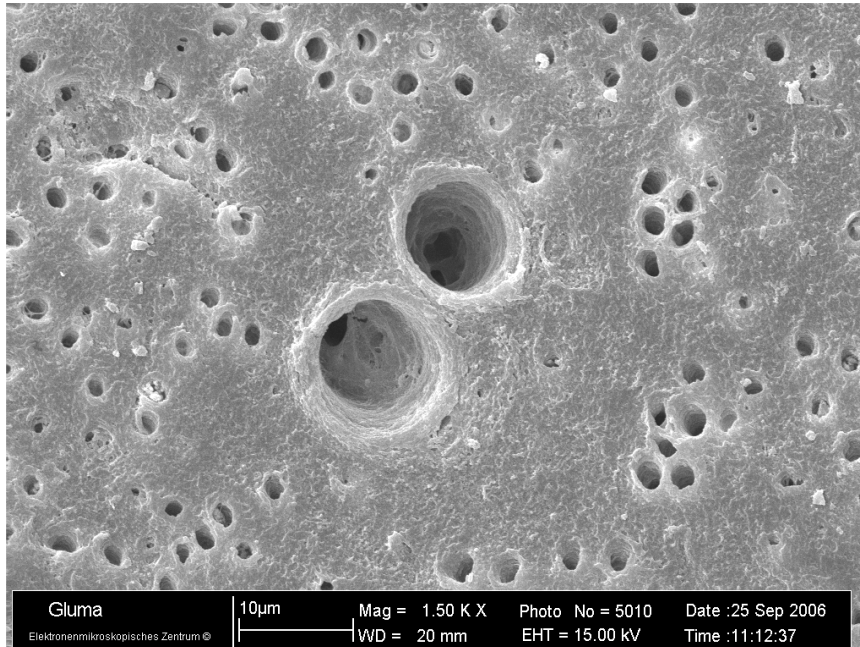


Abb. 35: REM-Aufnahme einer Dentinoberfläche mit unterschiedlicher Anzahl und Größe der Dentintubuli pro Flächeneinheit, was von morphologischer Variabilität innerhalb eines Zahnes zeugt (1500-fache Vergrößerung).

Auch an humanem Dentin überzeugte das All-in-One-Adhäsiv iBond mit der höchsten Scherhaftfestigkeit und erreichte wie Gluma einen signifikanten Unterschied zu Syntac classic. Die Wirksamkeit dieses Adhäsivs bestätigte auch Reinhardt (2005). Bei iBond wird der Phosphorsäureester durch 4-META ersetzt. Die daraus entstehende Dicarbonsäure erreicht aber bei weitem nicht das Ätzpotential der Phosphorsäure und ihrer Ester, was sich sowohl am Dentin, aber vor allem am Schmelz offenbart. Für dieses Verhalten scheint es auf den ersten Blick keine plausible Erklärung zu geben, es verdeutlicht aber, dass es keinen zwingenden Zusammenhang zwischen Ätzmuster und Mikromorphologie einerseits und der Scherhaftfestigkeit andererseits gibt. Möglicherweise ist dies eine Frage der Feinabstimmung der Rezeptur. Zur Homogenisierung sind diese Rezepturen auf Zusätze wasserlöslicher organischer Lösungsmittel angewiesen. Im Falle von iBond ist dies Aceton, welches das Adhäsiv allerdings empfindlich auf etwaige Verdampfungsverluste und Entmischungen macht. Negative Folgen können aber durch intensives Vermischen vor dem Auftragen und permanentes Verreiben auf dem Zahn vermieden werden. Insgesamt erlauben die Ergebnisse für die Gruppe der All-in-One-Adhäsive im Vergleich zu den herkömmlichen Mehr-Flaschen-Systemen



eine ausgesprochen positive Prognose, was auch durch gute Praxisbewertungen von Gutjahr und Holzmeier (2003) und Müller (2003) bestätigt wird.

#### **6.4.2 Adhäsive Füllung mit Opaker**

Wie bei den Rinderzähnen, hat die Zwischenschaltung einer elastischen Opaker-Pufferschicht offenbar zur Spannungsrelaxation geführt, denn vor allem bei den All-in-One-Adhäsiven, die sowohl mit dem **Total-Etch-Prinzip** als auch mit dem **Self-Etch-Prinzip** arbeiten, wurde ein zum Teil enormer Zuwachs an Scherhaftfestigkeit beobachtet. Er machte bei iBond eine Differenz von sogar 8 MPa aus. Bei dem Mehr-Flaschen-Bonding Syntac classic waren die Unterschiede zwischen beiden Untersuchungsmethoden weniger offensichtlich, trotzdem signifikant. Die Haftwerte am humanen Dentin ähneln aber denen des Rinderdentins mit Opaker-zwischenschicht. Obwohl die Haftkraftsteigerung durch die Pufferschicht bei den ausgewählten Einkomponenten-Adhäsiven positiv zu bewerten ist, spricht die geringere Streubreite des konventionellen Syntac classic eher für die Zuverlässigkeit und das Potential dieses Verbundmechanismus. Die Dentinvariabilität zwischen Menschen- und Rinderzähnen scheint aber sicherlich nicht allein für die Differenzen verantwortlich zu sein. Eventuell sind Haftmechanismus-Adhäsivschicht-Opakerpufferschicht am Menschenzahn gerade bei iBond optimal aufeinander abgestimmt.

Ähnlich wichtig wie die Haftfestigkeiten selbst sind die Aussagen über den Bruchmechanismus, dass heißt, ob der Abriss der Probekörper zwischen Verbundpartnern adhäsiv oder innerhalb des Composites bzw. des Dentins kohäsiv erfolgt. Je besser der Verbund zwischen Composite und Zahnhartsubstanz, desto höher ist der Anteil an Kohäsivbrüchen (Kamel et al. 1990). Auch bezüglich des Frakturtyps werden mit denselben Materialien widersprüchliche Resultate erzielt (Gwinnett et al. 1992b). Bei den eigenen Untersuchungen standen vor allem Kohäsivfrakturen bei allen Systemen im Vordergrund, was neben dem Auftreten von Kerbspannungen und Biegemomenten für die ausgezeichnete Haftung der getesteten Materialien aller Gruppen unter den gegebenen Versuchsbedingungen steht.

### 6.4.3 Befestigung von Prüfkörpern

Das Problem der herkömmlichen Scher- und Zugversuche liegt nicht allein in der inhomogenen Spannungsverteilung und dem Auftreten von Kerbspannungen innerhalb der Klebefläche, sondern vor allem auch in der Tatsache, dass das Composite direkt und ungehindert auf die Dentinoberfläche aufschumpfen kann, ohne dass der Verbund dadurch nennenswert belastet wird (Haller 1994). Dies trifft bei der adhäsiven Befestigungstechnik nicht zu, dennoch erreichte ein System mit **Total-Etch-Technik** Mittelwerte über die geforderten 10 MPa: Das Drei-Schritt-Applikationssystem Solobond Plus. Das acetonbasierte Bonding überzeugte auch, wenngleich nicht so stark, bei den Versuchen an Rinderzähnen. Das All-in-One-Adhäsiv Gluma erreichte an humanem Dentin Haftwerte, die mit dem Mehr-Flaschen-Adhäsiv Syntac classic zu vergleichen sind. Dass gleiche Wirkmechanismen nicht unbedingt zu gleichen Haftfestigkeiten führen, zeigte sich bei dem anderen Ein-Flaschen-System Excite DSC, welches unter den Total-Etch-Systemen am schlechtesten abschnitt. Dies offenbarte im Gegensatz zu den Konkurrenzprodukten, die alle signifikante Werteunterschiede zum Rinderdentin aufwiesen, an humanem Dentin eine Tendenz zu niedrigeren Verbundfestigkeiten offenbarte. Syntac classic lag zwar wieder im Bereich der mittleren Scherhaftwerte, fiel aber neben dem anderen Mehr-Flaschen-Adhäsiv Solobond Plus mit konstanteren Werten und einer geringeren Standardabweichung in Gegenüberstellung zu den Ein-Flaschen-Bondings auf. Als mögliche Ursache für die höhere Streubreite der Werte der Adhäsive mit Ein-Schritt-Applikation könnte man eine Entmischung oder Verdampfung einzelner Bestandteile schon kurz nach Entnahme aus den Flaschen verantwortlich machen. Dadurch wird ein homogenes Auftragen auf das Zahnsubstrat verhindert, was wiederum inhomogene und zum Teil insuffiziente Hybridschichten nach sich zieht (Abb. 36). Für die signifikanten Werteunterschiede zwischen Rinder- und Menschendentin könnte die morphologische Variabilität verantwortlich gemacht werden.

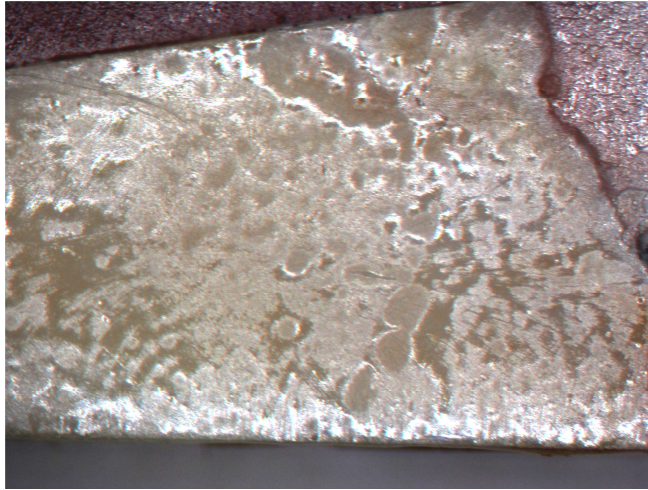


Abb. 36: Gebondete Dentinaoberfläche: inhomogene Adhäsiv-Schicht-Verteilung und Inselbildung nach Applikation und Lichthärtung von iBond evtl. als Folge von Entmischungs- und/oder Verdampfungsvorgängen nach Entnahme aus dem Ein-Flaschen-Präparat sowie evtl. auch durch Polymerisationskontraktion.

Im Vergleich mit den **Self-Etch-Systemen** erzielten bis auf Prompt L-Pop alle Systeme signifikant bessere Haftfestigkeiten am Menschenzahn, reichten aber dennoch an die Werte der konventionellen Mehrkomponenten-Adhäsive mit Total-Etch-Technik nicht heran. Wiederum hob sich das All-in-One-Adhäsiv iBond positiv hervor. Die größte Differenz von 4,4 MPa in Gegenüberstellung zum Rinderzahn zeigte sich bei dem reinen Befestigungsadhäsiv ED-Primer. Die ersten rein adhäsiv befestigten Restaurationen, wie Marylandbrücken und Veneers, erforderten anfangs eine Präparationsgrenze im Schmelz, während dentinbegrenzte Präparation lange Zeit als Risiko für adhäsive Befestigung galt (Beer 2007). Anhand der vorliegenden Ergebnisse kann man zwar von einigen Adhäsiven einen stabilen Verbund zwischen Restauration und Dentin erwarten, der aber dennoch nicht den für eine Langzeitstabilität angestrebten Haftfestigkeitswert von 10 MPa erreicht.

## 6.5 Scherhaftfestigkeit am Dentin von menschlichen Zähnen nach Wechsellast

Um mögliche Aussagen zur Langzeitstabilität des Composite-Dentin-Verbundes auch am Humandentin treffen zu können, wurden Prüfkörper einer künstlichen Alterung im Temperaturwechselbad unterzogen.

### 6.5.1 Adhäsive Füllung ohne Opaker

Durch die erhöhte Techniksensitivität der **Total-Etch-Systeme** ist nach vollständiger Auflösung der Hydroxylapatitkristalle eine unvollständige Umhüllung der freigelegten Kollagenfasern mit Kunststoff und somit eine unvollständig imprägnierte Hybridschicht möglich. Das begünstigt die hydrolytische Zersetzung des Kollagens, den Rückgang der Verbundfestigkeit (Nakabayashi 1992b) und zieht auch geringere

Langzeitstabilität vor allem nach Wechsellast nach sich (Van Meerbeek et al. 1999). Die beiden Vertreter mit Total-Etch-Konzept Syntac classic und Gluma zeigten nach thermischer Wechselbelastung der Probekörper niedrigere Verbundfestigkeiten, wobei sich nur das Einkomponenten-Adhäsiv Gluma signifikant um ca. 50 % vom 24h-Wert unterschied und bei diesem Adhäsiv auch ein statistisch signifikanter Unterschied zu den Werten am Rinderdentin nach TWL nachgewiesen wurde.

Demgegenüber erreichte iBond, welches nach dem **Self-Etch-Konzept** arbeitet, eine Tendenz zu höheren Werten bei geringerer Standardabweichung als nach 24h Lagerung. Das bestätigt die Aussage von Dörfer et al. (2000), wonach eine Temperaturwechselbehandlung keinen Einfluss auf eine Nanoleakage hat. Auch Wurst (2001) stellte eine Verringerung des Nanoleakage nach Langzeitlagerung fest. Mögliche Erklärungen dafür könnten Remineralisationseffekte im porösen Dentin oder Quellungen des Compositematerials bei Wasseraufnahme darstellen. Remineralisationseffekte im durch Säureätzung demineralisierten Dentin sind in vitro nachgewiesen worden (Tatsumi et al. 1992). Durch Quellungen könnte die poröse Zone des Nanoleakage gestaucht werden, so dass sich die Porengröße verringert. Inwieweit sich in-vivo- und in-vitro-Ergebnisse voneinander unterscheiden, wird in der Literatur kontrovers diskutiert. Über die Entwicklung einer Nanoleakage unter in-vivo-Bedingungen liegen Ergebnisse von Sano et al. (1999) vor. Demnach nimmt das Ausmaß der Porositäten im Bereich der Hybridschicht innerhalb von sechs Monaten signifikant zu.

### 6.5.2 Befestigung von Prüfkörpern

Wiederum höher als bei den Rinderzähnen, fielen die Verbundfestigkeiten der Adhäsivsysteme mit **Total-Etch-Technik** am Humandentin aus. Die beiden Dreischritt-Systeme Syntac classic und Solobond Plus unterschieden sich untereinander und im Vergleich zu Excite DSC nicht signifikant, während sich der Verbund des Ein-Flaschen-Systems Gluma signifikant von den anderen Adhäsiven unterschied. Am Rinderdentin wies Gluma nach 25.000 Zyklen Temperaturwechsellast nur unzureichende Haftfestigkeitswerte auf, dagegen am Menschendentin fast 10 MPa. Um der hydrolytischen Zersetzung des Kollagens durch Temperaturwechsellast oder Langzeitlagerung und dem daraus resultierenden Rückgang der Verbundfestigkeit entgegenzuwirken, bevorzugen manche Autoren eine milde Demineralisation des Dentins, bei der mehr Hydroxylapatit zum Schutz des Kollagens erhalten bleibt

(Nakabayashi 1992, Nakabayashi et al. 1992b). Eine Kontamination des Dentins mit Siliziumdioxidpartikeln aus dem Phosphorsäure-Gel scheint die Dentinhaftung nicht zu beeinträchtigen (Perdigão et al. 1994), aber eine Dentintrocknung nach Säureätzung scheint die Nanoleakage zu fördern (Wurst 2001). Da in den eigenen Untersuchungen aber alle Adhäsive nach derselben Säureätztechnik verarbeitet wurden, lassen sich solche Differenzen nicht allein davon ableiten. Genaue Gründe, warum das Adhäsiv Gluma gerade bei dieser Versuchsmethodik so gut abschnitt, lassen sich nur vermuten. Natürlich spielen Dentinvariabilität innerhalb der Menschen- und Rinderzähne eine Rolle, Remineralisationseffekte im demineralisierten Dentin oder Quellungen des Compositematerials bei Wasseraufnahme. Weitere Gründe können die Verarbeitung des Bondings sein und eventuell die veränderliche Wirksamkeit der Einzelbestandteile innerhalb des Adhäsivsystems, bei denen Verdunstungsvorgänge und Entmischungen möglich sind. Die Bedeutung des in Gluma und auch in Syntac classic enthaltenen Glutaraldehyds ist ebenfalls noch nicht vollständig geklärt. Diskutiert werden eine Verstärkung der demineralisierten Kollagenfasern durch Proteinfixierung (Kubo et al. 1991), eine antibakterielle Wirksamkeit (Emilson und Bergenholtz 1993), eine Herabsetzung der Dentinpermeabilität durch Eiweißfällung sowie eine Induktion der Bildung von HEMA-Polymeren (Munksgaard 1990).

Auch bei den **Self-Etch-Systemen** war die Haftfestigkeit eines Adhäsivs signifikant besser als bei den anderen Produkten. iBond übertraf nach künstlicher Alterung das Drei-Schritt-System Gluma des Total-Etch-Konzeptes und alle Self-Etch-Systeme. Von acetonhaltigen Primern, wie in iBond, Syntac classic und Solobond Plus enthalten, ist bekannt, dass sie relativ gute Fließeigenschaften besitzen (Kanca 1992a). Möglicherweise ist dies der Grund dafür, dass sie eine geringere Porosität im Dentin hinterlassen als Primer, die zum Beispiel auf Wasserbasis (AdheSE, Contax, Prompt L-Pop) agieren (Dörfer et al. 2000) und damit Einfluss auf die Ausbildung, beziehungsweise auf die Verringerung einer Nanoleakage haben. Dennoch reichte in diesen Versuchen die Haftfestigkeit der selbstätzenden Adhäsive nicht an die der Bondings mit Total-Etch-Technik heranreichen.

Insgesamt lässt sich ableiten, dass alle adhäsiven Befestigungen Alterungsprozessen unterliegen, die Werte vor allem nach mechanischer Belastung stärker streuen und damit geringe Zuverlässigkeit und Langzeitstabilität vermuten lassen, dass aber durchaus positive Ansätze bei einigen Systemen erkennbar sind.

## 6.6 Mikroleakageuntersuchungen

Mit den meisten Dentinadhäsiven lassen sich trotz hoher Haftfestigkeit Randspalten und Mikroleakagen nicht vollständig vermeiden (Haller 1994). Dieser Widerspruch erklärt sich aus der Behinderung der Dentinhaftung durch die Polymerisations-schrumpfung des Composites. Die dabei auftretenden, den Verbund belastenden Zugspannungen steigen stark an, sobald ein Spannungsausgleich im Composite durch Verschiebung der Polymerketten aufgrund des fortschreitenden Vernetzungsgrades nicht mehr möglich ist (Bowen et al. 1983, Davidson et al. 1984, Davidson und De Gee 1984). Dies trifft vor allem auf die lichthärtenden Composites aufgrund der rasch zunehmenden Unbeweglichkeit der Polymerketten zu. Bei Photopolymerisaten wird das Ausmaß der Kontraktionsspannungen vor allem durch den Elastizitätsmodul bestimmt (Kemp-Scholte und Davidson 1988). Wenn die Zugspannungen die Haftkraft des Dentin-Composite-Verbundes übersteigen, entstehen Randspalten.

Zur Überprüfung der Randabdichtung werden Farbstoffpenetrationstests durchgeführt. Nach Kamel et al. (1990) und Mandras et al. (1993) konnte keine vollständige Randabdichtung bei Untersuchungen von Composite-Füllungen erzielt werden, wobei dieselben Werkstoffe in verschiedenen Studien sehr unterschiedlich abschnitten (Haller et al. 1993). Die Diskrepanzen zwischen Haftkraft, mikroskopischer Randspaltbildung und unvollständigem Abdichtungsvermögen deute darauf hin, dass der Farbstoff nicht ausschließlich in Randspalten, sondern auch in andere Schichten des Verbundsystems penetrieren kann. Zum Beispiel in den imprägnierten smear layer oder in eine unvollständig mit Kunststoff infiltrierte Hybridschicht (Haller 1992b, Haller et al. 1993).

Das Ausmaß der Randspaltbildung wird außer vom Dentinadhäsiv von der Art des Befestigungscomposites bestimmt (Krejci et al. 1990), was bei den eigenen Untersuchungen aber keine Rolle spielte, da für alle adhäsiven Befestigungen zur Uniformität der Bedingungen dasselbe Befestigungscomposite gewählt wurde.

Ein Vergleich der Systeme, die mit **Total-Etch-Technik** arbeiten, ergibt, dass die neueren, weniger zeitaufwendigeren Systeme Gluma, Excite DSC und One coat bond hinsichtlich ihres Abdichtungsvermögens geringfügig, aber nicht signifikant schlechter abschneiden als die beiden Drei-Schritt-Systeme Syntac classic und Solobond Plus. Nur Gluma unterschied sich von Solobond Plus signifikant. Bei

Solobond Plus konnte nach 48h Lagerung in Färbelösung nur eine tendentielle Verfärbung festgestellt werden, die sich danach auch nicht mehr änderte. Dieses Ergebnis korreliert mit den Untersuchungen an adhäsiv befestigten und thermozyklierten Prüfkörpern. Dabei erreichte das Drei-Schritt-System Solobond Plus ebenfalls die besten Haftfestigkeitswerte, darauf folgte Syntac classic, dem sich die Werte der Zwei-Schritt-Systeme anschlossen.

Eine suffiziente Hybridisierung wird von vielen Autoren immer wieder ins Feld geführt (Walshaw und Comb 1995, 1996, Paul et al. 1999). Allerdings konnte in den vorliegenden Untersuchungen keine konkrete Trennung zwischen Nano- und Mikroleakage stattfinden, da im Falle einer Farbstoffpenetration durch Nanoleakage diese durch die Mikroleakage um ein Vielfaches überlagert wurde. Der gravierendste Unterschied zwischen beiden Phänomenen ist, dass Penetrationseffekte an Spalten (Mikroleakage) sehr viel intensiver ausgeprägt sind als bei porösen Strukturen (Nanoleakage). Außerdem ist zu berücksichtigen, dass bei Randspalten der adhäsive Verbund an manchen Stellen aufgebrochen wird und die Haftfestigkeit an diesen Stellen lokal völlig aufgehoben ist, während beim Vorhandensein einer Nanoleakage kein derartiger Nachteil bzw. ein diffuser Rückgang der Haftfestigkeit zu verzeichnen ist (Pioch 2000).

Bei den **Self-Etch-Systemen** waren nach 48h Lagerung in Farbstofflösung keine signifikanten Unterschiede zwischen den Adhäsiven mit Zwei-Schritt-Applikation und den All-in-One-Adhäsiven festzustellen, wobei bei den Letztgenannten tendentiell höhere Randundichtigkeiten festzustellen waren. Ein Vergleich mit den dazugehörigen Scherfestigkeiten lässt erkennen, dass hohe Haftwerte wie im Falle von Xeno III und iBond nicht unbedingt auf niedriges Mikroleakage schließen lassen. Diese Erkenntnis deckt sich auch mit Untersuchungen von Reinhardt (1997) und Kanca (1998). Andererseits konnte das Zwei-Schritt-System UniFil Bond neben seinem guten Abschneiden bei den Scherhaftfestigkeitsprüfungen auch mit geringer Mikroleakage überzeugen. Eine mögliche Ursache für das unterschiedliche Abschneiden der Gruppen mit verschiedenem Wirkmechanismus könnte das individuelle Lösungsmittelkonzept sein (Reinhardt 1997). Bei wasserhaltigen Präparaten wie Xeno III, Prompt L-Pop, iBond und Gluma lässt sich auf einen komplizierteren Trocknungsprozess schließen, sodass die Adhäsive in einzelnen Arealen Inseln bilden, an denen die Farbstofflösung vorbeipenetriert. Eventuell behindert auch verbliebenes Wasser eine suffiziente Hybridisierung, die sich negativ

auf die marginale Adaptation auswirkt (Perdigão et al. 1999). Dabei ist aber zu berücksichtigen, dass Farbstoffpenetrationen als Konsequenz von Undichtigkeiten in der Nanoleakage viel geringer ausfallen als im Falle von Spaltbildungen im  $\mu\text{m}$ -Bereich. Auch unpolymerisierte Zonen, die wie bei Prompt L-Pop durch einen zu dünnen Adhäsivfilm entstehen können, stehen zur Diskussion.

Ein Vergleich der verschiedenen Materialgruppen macht deutlich, dass selbstkonditionierende Adhäsive durchaus eine mit Total-Etch-Systemen vergleichbare Randadaptation erreichen können, wobei vor allem die Bondingsysteme mit Zwei-Schritt-Applikationstechnik überzeugen konnten. Dies bestätigten auch Gordon et al. (1998), Hannig und Bott (2000) sowie Santini et al. (2001). All-in-One-Adhäsive sowohl in der Total-Etch- als auch in der Self-Etch-Gruppe schnitten in Gegenüberstellung dazu weniger zuverlässig ab (Cardoso et al. 1999, Frankenberger 2002). Insgesamt zeigte sich in vitro, dass trotz deutlicher Reduktion der Randspaltbildung mit den neuesten Systemen keine vollständige Vermeidung von Mikroleakagen erreicht wird.



## 7 Schlussfolgerung

Dem Zahnarzt wird heute eine Vielzahl von Produkten zur adhäsiven restaurativen Therapie aus verschiedenen Werkstoffen angeboten. Dies ist ein Indiz dafür, dass es das universell einsetzbare Bondingsystem, das schnell, einfach verarbeitbar, optimal wirksam und langzeitstabil ist, noch nicht gibt. Aufgabe des Zahnarztes ist es, für jede klinische Situation eine angemessene Adhäsivtechnik auszuwählen.

Das Problem der Anbindung zum morphologisch und physiologisch sehr diffizilen Dentin ist noch immer nicht vollständig gelöst und stellt die Wissenschaft weiter vor neue Herausforderungen. Stand früher die Optimierung der Haftkraft am Dentin im Mittelpunkt, so gilt das entwicklungstechnische Interesse heute vorrangig der Vereinfachung der Anwendung, der Minimierung der Techniksensitivität sowie der Verkürzung der Applikationsdauer. Obwohl neue Erkenntnisse auf diesem Gebiet gute Prognosen erkennen lassen, zeigen Diskrepanzen zwischen den Herstellerangaben und eigenen Untersuchungsergebnissen, wie sehr bei manchen Produkten der Marketingaspekt im Vordergrund steht. Dies bezieht sich vor allem auf die verlockenden Aussagen der Hersteller hinsichtlich einer Zeitersparnis durch zusammengefasste Arbeitsschritte, die aber einerseits eine unzureichende Wirkung des Adhäsivsystems nach sich ziehen kann und andererseits mit einer halben bis einer Minute Nettozeitgewinn kaum ins Gewicht fällt.

Trotz zum Teil hervorragender Scherhaftfestigkeitswerte der selbstkonditionierenden Systeme der mittlerweile siebenten Generation, die alle zur Adhäsion notwendigen Inhaltsstoffe in den sogenannten „All-in-One“-Systemen einschließen, sind die Bondingsysteme, die nach dem Total-Etch-Konzept arbeiten, zu bevorzugen. Der Grund hierfür ist die hohe Qualität und bewährte Sicherheit der Säurekonditionierung am Zahnschmelz, die von Ein-Komponenten-Präparaten trotz sehr sauer eingestellter Lösungen derzeit noch nicht erreicht wird.

Anhand der erreichten Haftwerte fiel vor allem das All-in-One-Adhäsiv iBond™ Gluma® inside auf, welches bezüglich Dentinhaftung als klinisch akzeptabel zu bewerten ist, wobei weitere Erfahrungen hinsichtlich Langzeitstabilität noch abgewartet werden müssen.

Ein weiteres Adhäsiv, welches nach den eigenen Ergebnissen ebenfalls empfohlen werden kann, ist Gluma® Comfort Bond + Desensitizer. Allerdings können diese

beiden Systeme nicht für jede Indikation angewendet werden, da die Haftwerte nach adhäsiver Befestigung der Composite-Zylinder nicht befriedigen. Zur adhäsiven Befestigung sollte auf ein bewährtes Mehrkomponenten-Adhäsiv der älteren Generationen, wie z. B. Syntac classic, zurückgegriffen werden.

Nach den Haftwerten der eigenen Untersuchungen entsprechen das Einkomponenten-Adhäsiv in Kombination mit der Total-Etch-Technik Excite® DSC und das All-in-One-Adhäsiv Adper™ Prompt™ L-Pop™ den klinisch hohen Ansprüchen nur ungenügend.

Das Auftragen einer Opakerschicht zwischen Adhäsivschicht und Füllungscomposite erzeugte bei den meisten Systemen zwar tendentiell höhere Haftfestigkeiten am Rinderdentin, allerdings nur bei Xeno® III statistisch signifikant. An humanem Dentin waren dagegen statistisch signifikante Unterschiede zwischen beiden Untersuchungsmethoden bei allen untersuchten Dentin-Adhäsiven feststellbar.

Grundsätzlich ist aus den Farbstoffpenetrationstests hervorgegangen, das mit keinem der konkurrierenden Produkte ein optimaler Randschluss erzielt wird, was auf fragliche Dauerhaftigkeit schließen lässt und der Forderung nach schmelzbegrenzten Präparationsrändern Nachdruck verleiht.

Auffällig ist bei Systemen der neueren Generationen weiterhin die große Varianz der Haftfestigkeitswerte, was allerdings nicht auf alle Adhäsive innerhalb einer Systemgruppe zutrifft.

Neue Ansätze der Wissenschaft gehen in Richtung selbstadhäsives, nicht schrumpfendes Composite zur Füllungstherapie. Entwicklungen diesbezüglich sollten genau beobachtet werden.

## 8 Tabellenanhang

### 8.1 pH-Wert-Messungen

Adhäsivsysteme	x	s	s in %
Total-Etch-Systeme			
Syntac classic	2,4	0	0
Solobond Plus	2,8	0	0
Excite DSC	4,8	0,3	6
Gluma	3,3	0,3	8
One coat bond	3,8	0,3	7
Self-Etch-Systeme			
AdheSE	2,9	0	0
Optibond Solo Plus	1,7	0	0
Contax	1,6	0	0
UniFil Bond	3,0	0,5	17
Xeno III	1,8	0,3	15
Prompt L-Pop	1,1	0	0
iBond	2,7	0,3	10
ED-Primer	3,3	0	0

Tab. 1: Mittelwerte (x), Standardabweichungen (s) und relativer Fehler (s in %) bei Untersuchung des pH-Wertes der einzelnen Bestandteile der Adhäsivsysteme.

### 8.2 Scherhaftfestigkeit in MPa am Dentin von Rinderzähnen

#### 8.2.1 Adhäsive Füllung ohne Opaker

Adhäsivsysteme	Composite	Adhäsive Füllung ohne Opaker		
Total-Etch-Systeme		x	s	s in %
Syntac classic	Tetric ceram	9,1	2,1	23
Solobond Plus	Arabesk Top	8,1	2,0	24
Excite DSC	Tetric ceram	5,2	1,9	36
Gluma	Venus	10,9	2,7	25
One coat bond	Synergy	10,3	3,1	30
Self-Etch-Systeme				
AdheSE	Tetric ceram	4,8	1,3	27
Optibond Solo Plus	Point 4	9,7	2,9	30
Contax	Ecusit	7,2	2,6	36
UniFil Bond	Gradia direct	10,8	3,0	28
Xeno III	Esthet X	6,9	2,3	33
Prompt L-Pop	Filtek supreme	4,4	1,2	27
iBond	Venus	12,0	2,3	19

Tab. 2: Mittelwerte (x), Standardabweichungen (s) und relativer Fehler (s in %) bei adhäsiver Füllung mit präparatspezifischen Composites ohne Opaker.

### 8.2.2 Adhäsive Füllung mit Opaker

Adhäsivsysteme	Composite	Adhäsive Füllung mit Opaker		
Total-Etch-Systeme		x	s	s in %
<b>Syntac classic</b>	Tetric ceram	<b>9,4</b>	2,2	23
<b>Solobond Plus</b>	Arabesk Top	<b>8,8</b>	2,2	25
<b>Excite DSC</b>	Tetric ceram	<b>6,4</b>	1,9	29
<b>Gluma</b>	Venus	<b>11,7</b>	2,9	25
<b>One coat bond</b>	Synergy	<b>11,1</b>	2,6	24
Self-Etch-Systeme				
<b>AdheSE</b>	Tetric ceram	<b>5,8</b>	2,1	36
<b>Optibond Solo Plus</b>	Point 4	<b>9,2</b>	2,1	22
<b>Contax</b>	Ecusit	<b>6,7</b>	3,1	46
<b>UniFil Bond</b>	Gradia direct	<b>10,5</b>	2,9	28
<b>Xeno III</b>	Esthet X	<b>10,9</b>	2,6	24
<b>Prompt L-Pop</b>	Filtek supreme	<b>4,8</b>	2,2	45
<b>iBond</b>	Venus	<b>11,9</b>	3,2	27

Tab. 3: Mittelwerte (x), Standardabweichungen (s) und relativer Fehler (s in %) bei adhäsiver Füllung mit präparatspezifischen Composites mit Opaker.

### 8.2.3 Befestigung von Prüfkörpern

Adhäsivsysteme	Composite	Adhäsive Befestigung		
Total-Etch-Systeme		x	s	s in %
<b>Syntac classic</b>	Variolink II	<b>5,2</b>	0,7	13
<b>Solobond Plus</b>	Bifix QM	<b>6,7</b>	1,6	23
<b>Excite DSC</b>	Variolink II	<b>5,4</b>	1,8	34
<b>Gluma</b>	Twinlook	<b>3,4</b>	0,7	23
Self-Etch-Systeme				
<b>Optibond Solo Plus</b>	Nexus	<b>2,6</b>	1,2	47
<b>Contax</b>	PermaCem dual	<b>2,1</b>	1,4	65
<b>Prompt L-Pop</b>	Sinfony	<b>5,1</b>	1,9	38
<b>iBond</b>	Twinlook	<b>5,7</b>	1,4	24
<b>ED-Primer</b>	Panavia F	<b>3,5</b>	1,2	36

Tab. 4: Mittelwerte (x), Standardabweichungen (s) und relativer Fehler (s in %) bei adhäsiver Befestigung mit präparatspezifischen Composites.

## 8.3 Scherhaftfestigkeit in MPa am Dentin von Rinderzähnen nach Wechsellast

### 8.3.1 Adhäsive Füllung ohne Opaker

Adhäsivsysteme	Composite	Adhäsive Füllung		
Total-Etch-Systeme		x	s	s in %
<b>Syntac classic</b>	Tetric ceram	<b>5,8</b>	2,6	45
<b>Solobond Plus</b>	Arabesk Top	<b>5,7</b>	2,3	41
<b>Excite DSC</b>	Tetric ceram	<b>1,8</b>	0,9	50
<b>Gluma</b>	Venus	<b>10,7</b>	2,7	25
<b>One coat bond</b>	Synergy	<b>6,9</b>	2,2	33
Self-Etch-Systeme				
<b>AdheSE</b>	Tetric ceram	<b>1,6</b>	0,6	40
<b>Optibond Solo Plus</b>	Point 4	<b>7,4</b>	3,8	51
<b>Contax</b>	Ecusit	<b>3,4</b>	1,4	40
<b>UniFil Bond</b>	Gradia direct	<b>11,7</b>	3,4	29
<b>Xeno III</b>	Esthet X	<b>3,4</b>	1,0	30
<b>Prompt L-Pop</b>	Filtek supreme	<b>2,3</b>	0,6	28
<b>iBond</b>	Venus	<b>11,3</b>	2,6	23

Tab. 5: Mittelwerte (x), Standardabweichungen (s) und relativer Fehler (s in %) bei adhäsiver Füllung mit präparatspezifischen Composites.

### 8.3.2 Befestigung von Prüfkörpern

Adhäsivsysteme	Composite	Adhäsive Befestigung		
Total-Etch-Systeme		x	s	s in %
<b>Syntac classic</b>	Variolink II	<b>1,7</b>	0,5	30
<b>Solobond Plus</b>	Bifix QM	<b>1,8</b>	0,7	39
<b>Excite DSC</b>	Variolink II	<b>2,2</b>	1,4	64
<b>Gluma</b>	Twinlook	<b>2,2</b>	1,9	86
Self-Etch-Systeme				
<b>Optibond Solo Plus</b>	Nexus	<b>0,7</b>	0,3	45
<b>Contax</b>	PermaCem dual	<b>0,7</b>	0,3	38
<b>Prompt L-Pop</b>	Sinfony	<b>1,7</b>	1,1	65
<b>iBond</b>	Twinlook	<b>3,1</b>	2,5	81
<b>ED-Primer</b>	Panavia F	<b>0,8</b>	0,2	27

Tab. 6: Mittelwerte (x), Standardabweichungen (s) und relativer Fehler (s in %) bei adhäsiver Befestigung mit präparatspezifischen Composites.

## 8.4 Scherhaftfestigkeit in MPa am Dentin von menschlichen Zähnen

### 8.4.1 Adhäsive Füllung ohne Opaker

Adhäsivsysteme	Composite	x	s	s in %
<b>Syntac classic</b>	Tetric ceram	<b>7,2</b>	1,6	22
<b>Gluma</b>	Venus	<b>10,7</b>	2,4	22
<b>iBond</b>	Venus	<b>12,1</b>	2,3	19

Tab. 7: Mittelwerte (x), Standardabweichungen (s) und relativer Fehler (s in %) bei adhäsiver Füllung mit präparatspezifischen Composites ohne Opaker.

### 8.4.2 Adhäsive Füllung mit Opaker

Adhäsivsysteme	Composite	x	s	s in %
<b>Syntac classic</b>	Tetric ceram	<b>10,0</b>	2,6	26
<b>Gluma</b>	Venus	<b>15,4</b>	3,8	24
<b>iBond</b>	Venus	<b>20,1</b>	1,9	10

Tab. 8: Mittelwerte (x), Standardabweichungen (s) und relativer Fehler (s in %) bei adhäsiver Füllung mit präparatspezifischen Composites mit Opaker.

### 8.4.3 Befestigung von Prüfkörpern

Adhäsivsysteme	Composite	x	s	s in %
Total-Etch-Systeme				
<b>Syntac classic</b>	Variolink II	<b>6,4</b>	1,0	15
<b>Solobond Plus</b>	Bifix QM	<b>11,0</b>	1,4	13
<b>Excite DSC</b>	Variolink II	<b>4,6</b>	1,8	39
<b>Gluma</b>	Twinlook	<b>6,6</b>	1,7	26
Self-Etch-Systeme				
<b>Optibond Solo Plus</b>	Nexus	<b>4,5</b>	1,5	33
<b>Contax</b>	PermaCem dual	<b>5,4</b>	1,4	27
<b>Prompt L-Pop</b>	Sinfony	<b>4,7</b>	1,9	40
<b>iBond</b>	Twinlook	<b>8,7</b>	2,8	33
<b>ED-Primer</b>	Panavia F	<b>7,9</b>	1,9	24

Tab. 9: Mittelwerte (x), Standardabweichungen (s) und relativer Fehler (s in %) bei adhäsiver Befestigung mit präparatspezifischen Composites.

## 8.5 Scherhaftfestigkeit in MPa am Dentin von menschlichen Zähnen nach Wechsellast

### 8.5.1 Adhäsive Füllung ohne Opaker

Adhäsivsysteme	Composite	x	s	s in %
Syntac classic	Tetric ceram	6,4	2,1	33
Gluma	Venus	5,7	1,6	28
iBond	Venus	14,3	2,9	20

Tab. 10: Mittelwerte (x), Standardabweichungen (s) und relativer Fehler (s in %) bei adhäsiver Füllung mit präparatspezifischen Composites.

### 8.5.2 Befestigung von Prüfkörpern

Adhäsivsysteme	Composite	adhäsive Befestigung		
Total-Etch-Systeme		x	s	s in %
Syntac classic	Variolink II	4,4	0,5	12
Solobond Plus	Bifix QM	4,6	0,9	21
Excite DSC	Variolink II	3,2	1,6	51
Gluma	Twinlook	9,7	1,8	18
Self-Etch-Systeme				
Optibond Solo Plus	Nexus	0,7	0,5	67
Contax	PermaCem dual	0,7	0,2	26
Prompt L-Pop	Sinfony	1,8	1,4	77
iBond	Twinlook	5,5	2,1	38
ED-Primer	Panavia F	1,5	0,9	60

Tab. 11: Mittelwerte (x), Standardabweichungen (s) und relativer Fehler (s in %) bei adhäsiver Befestigung mit präparatspezifischen Composites.

## 8.6 Mikroleakageuntersuchungen

Tab. 12: Mittelwerte (x) und Standardabweichungen (s) der Eindringtiefe in mm nach 16h, 24h, 40h und 48h Lagerung in Methylenblau-Lösung.

Adhäsivsysteme	nach 16h		nach 24h		nach 40h		nach 48h	
	x	s	x	s	x	s	x	s
Total-Etch-Systeme								
Syntac classic	0,2	0,26	0,5	0,5	0,67	0,58	0,83	0,76
Solobond Plus	0	0	0,07	0,06	0,07	0,06	0,1	0
Excite DSC	0,23	0,23	0,67	0,29	0,67	0,29	1,0	0,5
Gluma	0,07	0,06	0,5	0	0,83	0,29	1,0	0
One coat bond	0,03	0,06	0,17	0,29	0,37	0,23	0,7	0,52
Self-Etch-Systeme								
AdheSE	0,03	0,06	0,07	0,06	0,07	0,06	0,2	0,26
Optibond Solo Plus	0,03	0,06	0,17	0,29	0,17	0,29	0,33	0,58
Contax	0,03	0,06	0,07	0,06	0,23	0,23	0,37	0,23
UniFil Bond	0	0	0,03	0,06	0,07	0,06	0,2	0,26
Xeno III	0,07	0,06	0,33	0,29	0,53	0,45	0,87	0,71
Prompt L-Pop	0,33	0,29	0,37	0,23	0,83	0,29	1,17	0,29
iBond	0,07	0,06	0,2	0,26	0,53	0,45	0,83	0,29
ED-Primer	0,07	0,06	0,37	0,23	0,37	0,23	0,7	0,52

## 8.7 Statistiktabelle

Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse der Adhäsivsysteme nach unterschiedlichen Untersuchungskriterien.

- = statistisch signifikante Unterschiede
- x = keine statistisch signifikanten Unterschiede
- = keine gültige Verknüpfung

	Syntac classic	Solobond Plus	Excite DSC	Gluma	One coat bond	AdheSE	Optibond Solo Plus	Contax	UniFil Bond	Xeno III	Prompt L-Pop	iBond	ED-Primer
Syntac classic	-		•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•
Solobond Plus		-	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•
Excite DSC	•	•	-	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•
Gluma	•		•	-			•	•	•	•	•	•	•
One coat bond	•	•	•		-	•	•	•	•	•	•	•	•
AdheSE	•		•		•	-	•	•	•	•	•	•	•
Optibond Solo Plus	•	•	•	•	•	•	-		•	•	•	•	•
Contax	•	•	•	•	•	•		-	•	•	•	•	•
UniFil Bond			•				•	•	-	•	•	•	•
Xeno III	•	•	•	•	•	•	•	•	•	-	•	•	•
Prompt L-Pop	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	-	•	•
iBond			•	•	•		•	•		•	•	-	•
ED-Primer	•		•				•	•		•	•	•	-

Tab. 13: **pH-Wert-Messungen:** Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.  
• = statistisch signifikante Unterschiede

	Syntac classic	Solobond Plus	Excite DSC	Gluma	One coat bond	AdheSE	Optibond Solo Plus	Contax	UniFil Bond	Xeno III	Prompt L-Pop	iBond
Syntac classic	-		•			•			•	•	•	•
Solobond Plus		-	•	•		•			•	•	•	•
Excite DSC	•	•	-	•	•	•	•		•	•	•	•
Gluma			•	-		•	•	•	•	•	•	•
One coat bond			•		-	•		•	•	•	•	•
AdheSE	•	•	•	•	•	-	•	•	•	•	•	•
Optibond Solo Plus			•		•	•	-		•	•	•	•
Contax				•	•	•		-	•	•	•	•
UniFil Bond		•	•			•	•	•	-	•	•	•
Xeno III	•			•	•	•	•		•	-	•	•
Prompt L-Pop	•	•		•	•	•	•	•	•	•	-	•
iBond	•	•	•			•		•	•	•	•	-

Tab. 14: **Scherhaftfestigkeit am Rinderdentin nach adhäsiver Füllung ohne Opaker.** Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.  
• = statistisch signifikante Unterschiede

Tab. 15: **Scherhaftfestigkeit am Rinderdentin nach adhäsiver Füllung mit Opaker.**

Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.

● = statistisch signifikante Unterschiede

	Syntac classic	Solobond Plus	Excite DSC	Gluma	One coat bond	AdheSE	Optibond Solo Plus	Contax	UniFil Bond	Xeno III	Prompt L-Pop	iBond
Syntac classic	-		●			●		●			●	
Solobond Plus		-	●	●		●					●	●
Excite DSC	●	●	-	●	●		●		●	●		●
Gluma		●	●	-		●		●			●	
One coat bond			●		-	●		●			●	
AdheSE	●	●		●	●	-	●		●	●		●
Optibond Solo Plus			●			●	-				●	●
Contax	●			●	●			-	●	●		●
UniFil Bond			●			●		●	-		●	
Xeno III			●			●		●		-	●	
Prompt L-Pop	●	●		●	●		●		●		-	●
iBond		●	●			●	●	●			●	-

Tab. 16: **Scherhaftfestigkeit am Rinderdentin nach adhäsiver Füllung ohne und mit Opaker.**

Total-Etch-Systeme. Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.

● = statistisch signifikante Unterschiede

Unterschiede

	Syntac classic	Solobond Plus	Excite DSC	Gluma	One coat bond
Syntac classic	x				
Solobond Plus		x			
Excite DSC			x		
Gluma				x	
One coat bond					x

Tab. 17: **Scherhaftfestigkeit am Rinderdentin nach adhäsiver Füllung ohne und mit Opaker.** Self-Etch-Systeme

Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.

● = statistisch signifikante Unterschiede

	AdheSE	Optibond Solo Plus	Contax	UniFil Bond	Xeno III	Prompt L-Pop	iBond
AdheSE	x						
Optibond Solo Plus		x					
Contax			x				
UniFil Bond				x			
Xeno III					●		
Prompt L-Pop						x	
iBond							x

Tab. 18: **Scherhaftfestigkeit am Rinderdentin nach adhäsiver Befestigung.** Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.

● = statistisch signifikante Unterschiede

	Syntac classic	Solobond Plus	Excite DSC	Gluma	Optibond Solo Plus	Contax	Prompt L-Pop	iBond	ED-Primer
Syntac classic	-			●	●	●			●
Solobond Plus		-		●	●	●			●
Excite DSC			-	●	●	●			
Gluma	●	●	●	-		●	●	●	
Optibond Solo Plus	●	●	●		-	●	●	●	
Contax	●	●	●	●		-	●	●	
Prompt L-Pop					●	●	-		
iBond				●	●	●		-	●
ED-Primer	●	●						●	-



Tab. 19: **Scherhaftfestigkeit am Rinder-**  
**dentin nach adhäsiver Füllung ohne**  
**Opaker und nach adhäsiver Befestigung.**

Total-Etch-Systeme. Ergebnisse der  
einfaktoriellen Varianzanalyse.

● = statistisch signifikante Unterschiede

	Syntac classic	Solobond Plus	Excite DSC	Gluma
Syntac classic	●			
Solobond Plus		x		
Excite DSC			x	
Gluma				●

Tab. 20: **Scherhaftfestigkeit am**  
**Rinderdentin nach adhäsiver**  
**Füllung ohne Opaker und nach**  
**adhäsiver Befestigung.** Self-Etch-

Systeme. Ergebnisse der  
einfaktoriellen Varianzanalyse.

● = statistisch signifikante

Unterschiede

	Optibond Solo Plus	Contax	Prompt L-Pop	iBond	ED-Primer
Optibond Solo Plus	●				
Contax		●			
Prompt L-Pop			x		
iBond				●	
ED-Primer					-

Tab. 21: **Scherhaftfestigkeit am Rinderdentin**  
**nach adhäsiver Füllung ohne Opaker nach TWL.**

Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.

● = statistisch signifikante Unterschiede

	Syntac classic	Solobond Plus	Excite DSC	Gluma	One coat bond	AdheSE	Optibond Solo Plus	Contax	UniFil Bond	Xeno III	Prompt L-Pop	iBond
Syntac classic	-		●	●		●			●	●	●	●
Solobond Plus		-	●	●		●			●	●	●	●
Excite DSC	●	●	-	●	●	●	●	●	●	●	●	●
Gluma	●	●	●	-	●	●	●	●	●	●	●	●
One coat bond			●	●	-	●	●	●	●	●	●	●
AdheSE	●	●	●	●	●	-	●	●	●	●	●	●
Optibond Solo Plus			●	●	●	●	-	●	●	●	●	●
Contax			●	●	●	●	●	-	●	●	●	●
UniFil Bond	●	●	●	●	●	●	●	●	-	●	●	●
Xeno III	●	●	●	●	●	●	●	●	●	-	●	●
Prompt L-Pop	●	●	●	●	●	●	●	●	●	●	-	●
iBond	●	●	●	●	●	●	●	●	●	●	●	-

Tab. 22: **Scherhaftfestigkeit**  
**am Rinderdentin nach**  
**adhäsiver Füllung ohne**  
**Opaker nach 24h und nach**  
**TWL.** Total-Etch-Systeme.

Ergebnisse der einfaktoriellen  
Varianzanalyse.

● = statistisch signifikante

Unterschiede

	Syntac classic	Solobond Plus	Excite DSC	Gluma	One coat bond
Syntac classic	●				
Solobond Plus		x			
Excite DSC			●		
Gluma				x	
One coat bond					●

Tab. 23: **Scherhaftfestigkeit am Rinderdentin nach adhäsiver Füllung ohne Opaker nach 24h und nach TWL.** Self-Etch-Systeme. Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.  
● = statistisch signifikante Unterschiede

	AdheSE	Optibond Solo Plus	Contax	UniFil Bond	Xeno III	Prompt L-Pop	iBond
AdheSE	●						
Optibond Solo Plus		x					
Contax			●				
UniFil Bond				x			
Xeno III					●		
Prompt L-Pop						●	
iBond							x

Tab. 24: **Scherhaftfestigkeit am Rinderdentin nach adhäsiver Befestigung nach 24h und nach TWL.** Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.  
● = statistisch signifikante Unterschiede

	Syntac classic	Solobond Plus	Excite DSC	Gluma	Optibond Solo Plus	Contax	Prompt L-Pop	iBond	ED-Primer
Syntac classic	-				●	●			●
Solobond Plus		-			●	●			●
Excite DSC			-		●	●			●
Gluma				-					
Optibond Solo Plus	●	●	●		-			●	
Contax	●	●	●			-		●	
Prompt L-Pop							-		
iBond					●	●		-	●
ED-Primer	●	●	●					●	-

Tab. 25: **Scherhaftfestigkeit am Rinderdentin nach adhäsiver Befestigung nach 24h und nach TWL.** Total-Etch-Systeme. Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.  
● = statistisch signifikante Unterschiede

	Syntac classic	Solobond Plus	Excite DSC	Gluma
Syntac classic	●			
Solobond Plus		●		
Excite DSC			●	
Gluma				x

Tab. 26: **Scherhaftfestigkeit am Rinderdentin nach adhäsiver Befestigung nach 24h und nach TWL.** Self-Etch-Systeme. Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.  
● = statistisch signifikante Unterschiede

	Optibond Solo Plus	Contax	Prompt L-Pop	iBond	ED-Primer
Optibond Solo Plus	●				
Contax		●			
Prompt L-Pop			●		
iBond				●	
ED-Primer					●

	Syntac classic	Gluma	iBond
Syntac classic	-	●	●
Gluma	●	-	
iBond	●		-

Tab. 27: **Scherhaftfestigkeit am Menschendentin nach adhäsiver Füllung ohne Opaker.** Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.  
● = statistisch signifikante Unterschiede

Tab. 28: **Scherhaftfestigkeit am Menschendentin nach adhäsiver Füllung mit Opaker.** Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.  
● = statistisch signifikante Unterschiede

	Syntac classic	Gluma	iBond
Syntac classic	-	●	●
Gluma	●	-	●
iBond	●	●	-

Tab. 29: **Scherhaftfestigkeit am Menschendentin nach adhäsiver Füllung ohne und mit Opaker.** Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.  
● = statistisch signifikante Unterschiede

	Syntac classic	Gluma	iBond
Syntac classic	●		
Gluma		●	
iBond			●

Tab.30: **Scherhaftfestigkeit am Menschen- und Rinderdentin nach adhäsiver Füllung ohne Opaker.** Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.  
● = statistisch signifikante Unterschiede

	Syntac classic	Gluma	iBond
Syntac classic	×		
Gluma		×	
iBond			×

Tab. 31: **Scherhaftfestigkeit am Menschen- und Rinderdentin nach adhäsiver Füllung mit Opaker.** Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.  
● = statistisch signifikante Unterschiede.

	Syntac classic	Gluma	iBond
Syntac classic	×		
Gluma		●	
iBond			●

Tab. 32: **Scherhaftfestigkeit am Menschendentin nach adhäsiver Befestigung** Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.  
● = statistisch signifikante Unterschiede

	Syntac classic	Solobond Plus	Excite DSC	Gluma	Optibond Solo Plus	Contax	Prompt L-Pop	iBond	ED-Primer
Syntac classic	-	●			●				
Solobond Plus	●	-	●	●	●	●	●	●	●
Excite DSC		●	-					●	●
Gluma		●		-	●				
Optibond Solo Plus	●	●		●	-			●	●
Contax		●				-		●	●
Prompt L-Pop		●					-	●	●
iBond			●		●	●	●	-	
ED-Primer		●	●		●	●	●		-

	Syntac classic	Solobond Plus	Excite DSC	Gluma
Syntac classic	●			
Solobond Plus		●		
Excite DSC			×	
Gluma				●

Tab.33: **Scherhaftfestigkeit am Menschen- und Rinderdentin nach adhäsiver Befestigung.** Total-Etch-Systeme. Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.  
● = statistisch signifikante Unterschiede

Tab.34: **Scherhaftfestigkeit am Menschen- und Rinderdentin nach adhäsiver Befestigung.**

Self-Etch-Systeme.

Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.

● = statistisch signifikante Unterschiede

	Optibond Solo Plus	Contax	Prompt L-Pop	iBond	ED-Primer
Optibond Solo Plus	●				
Contax		●			
Prompt L-Pop			x		
iBond				●	
ED-Primer					●

Tab.35: **Scherhaftfestigkeit am Menschen- und Rinderdentin nach adhäsiver Füllung ohne Opaker nach TWL.**

Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.

● = statistisch signifikante Unterschiede

	Syntac classic	Gluma	iBond
Syntac classic	-		●
Gluma		-	●
iBond	●	●	-

Tab.36: **Scherhaftfestigkeit am Menschendentin nach adhäsiver Füllung ohne Opaker nach 24h und nach TWL.**

Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.

● = statistisch signifikante Unterschiede

	Syntac classic	Gluma	iBond
Syntac classic	x		
Gluma		●	
iBond			x

Tab.37: **Scherhaftfestigkeit am Menschen- und Rinderdentin nach adhäsiver Füllung ohne Opaker nach TWL.**

Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.

● = statistisch signifikante Unterschiede

	Syntac classic	Gluma	iBond
Syntac classic	x		
Gluma		●	
iBond			x

Tab.38: **Scherhaftfestigkeit am Menschendentin nach adhäsiver Befestigung nach 24h und nach TWL.**

Total-Etch-Systeme.

Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.

● = statistisch signifikante Unterschiede

	Syntac classic	Solobond Plus	Excite DSC	Gluma
Syntac classic	●			
Solobond Plus		●		
Excite DSC			x	
Gluma				●

	Syntac classic	Solobond Plus	Excite DSC	Gluma
Syntac classic	●			
Solobond Plus		●		
Excite DSC			x	
Gluma				●

Tab.39: **Scherhaftfestigkeit am Menschen- und Rinderdentin nach adhäsiver Befestigung nach TWL.**

Total-Etch-Systeme.

Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.

● = statistisch signifikante Unterschiede

	Syntac classic	Solobond Plus	Excite DSC	Gluma	Optibond Solo Plus	Contax	Prompt L-Pop	iBond	ED-Primer
Syntac classic	-			•	•	•	•		•
Solobond Plus		-		•	•	•	•		•
Excite DSC			-	•	•	•			•
Gluma	•	•	•	-	•	•	•	•	•
Optibond Solo Plus	•	•	•	•	-			•	
Contax	•	•	•	•		-		•	•
Prompt L-Pop	•	•		•			-	•	
iBond				•	•	•	•	-	•
ED-Primer	•	•	•	•				•	-

Tab. 40 : **Scherhaftfestigkeit am Menschendentin nach adhäsiver Befestigung nach TWL.**  
Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.  
• = statistisch signifikante Unterschiede

Tab.41: **Scherhaftfestigkeit am Menschendentin nach adhäsiver Befestigung nach 24h und nach TWL.** Self-Etch-Systeme.  
Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.  
• = statistisch signifikante Unterschiede

	Optibond Solo Plus	Contax	Prompt L-Pop	iBond	ED-Primer
Optibond Solo Plus	•				
Contax		•			
Prompt L-Pop			•		
iBond				•	
ED-Primer					•

Tab.42: **Scherhaftfestigkeit am Menschen- und Rinderdentin nach adhäsiver Befestigung nach TWL.** Self-Etch-Systeme.  
Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.  
Keine statistisch signifikanten Unterschiede feststellbar.

	Optibond Solo Plus	Contax	Prompt L-Pop	iBond	ED-Primer
Optibond Solo Plus	x				
Contax		x			
Prompt L-Pop			x		
iBond				x	
ED-Primer					x

	Syntac classic	Solobond Plus	Excite DSC	Gluma	One coat bond	AdheSE	Optibond Solo Plus	Contax	UniFil Bond	Xeno III	Prompt L-Pop	iBond	ED-Primer
Syntac classic	-												
Solobond Plus		-											
Excite DSC			-										
Gluma				-									
One coat bond					-								
AdheSE						-							
Optibond Solo Plus							-						
Contax								-					
UniFil Bond									-				
Xeno III										-			
Prompt L-Pop											-		
iBond												-	
ED-Primer													-

Tab. 43: **Mikroleakage nach 16h Lagerung in Farbstofflösung.**  
Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.

Keine statistisch signifikanten Unterschiede feststellbar.

	Syntac classic	Solobond Plus	Excite DSC	Gluma	One coat bond	AdheSE	Optibond Solo Plus	Contax	UniFil Bond	Xeno III	Prompt L-Pop	iBond	ED-Primer
Syntac classic	.												
Solobond Plus		.		•									
Excite DSC			.										
Gluma		•		.		•		•	•				
One coat bond					.								
AdheSE				•		.							
Optibond Solo Plus							.						
Contax				•				.					
UniFil Bond				•					.				
Xeno III										.			
Prompt L-Pop											.		
iBond												.	
ED-Primer													.

Tab. 44: **Mikroleakage nach 24h Lagerung in Farbstofflösung.**  
Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.  
• = statistisch signifikante Unterschiede

	Syntac classic	Solobond Plus	Excite DSC	Gluma	One coat bond	AdheSE	Optibond Solo Plus	Contax	UniFil Bond	Xeno III	Prompt L-Pop	iBond	ED-Primer
Syntac classic	.												
Solobond Plus		.											
Excite DSC			.										
Gluma				.									
One coat bond					.								
AdheSE						.							
Optibond Solo Plus							.						
Contax								.					
UniFil Bond									.				
Xeno III										.			
Prompt L-Pop											.		
iBond												.	
ED-Primer													.

Tab. 45: **Mikroleakage nach 40h Lagerung in Farbstofflösung.**  
Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.

Keine statistisch signifikanten Unterschiede feststellbar.

	Syntac classic	Solobond Plus	Excite DSC	Gluma	One coat bond	AdheSE	Optibond Solo Plus	Contax	UniFil Bond	Xeno III	Prompt L-Pop	iBond	ED-Primer
Syntac classic	-												
Solobond Plus		-		•							•		
Excite DSC			-										
Gluma		•		-		•		•	•				
One coat bond					-								
AdheSE				•		-							
Optibond Solo Plus							-						
Contax				•				-					
UniFil Bond				•					-				
Xeno III										-			
Prompt L-Pop		•									-		
iBond												-	
ED-Primer													-

Tab. 46: **Mikroleakage nach 48h Lagerung in Farbstofflösung.**  
Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.  
• = statistisch signifikante Unterschiede

	Syntac classic	Solobond Plus	Excite DSC	Gluma	One coat bond
Syntac classic	x				
Solobond Plus		x			
Excite DSC			x		
Gluma				x	
One coat bond					x

Tab. 47: **Mikroleakage nach 0h und nach 16h Lagerung in Farbstofflösung.**  
Total-Etch-Systeme.  
Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.

Keine statistisch signifikanten Unterschiede feststellbar.

Tab. 48: **Mikroleakage nach 16h und nach 24h Lagerung in Farbstofflösung.**  
Total-Etch-Systeme.  
Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.  
• = statistisch signifikante Unterschiede

	Syntac classic	Solobond Plus	Excite DSC	Gluma	One coat bond
Syntac classic	x				
Solobond Plus		x			
Excite DSC			x		
Gluma				•	
One coat bond					x

Tab. 49: **Mikroleakage nach 24h und nach 40h Lagerung in Farbstofflösung.**  
Total-Etch-Systeme.  
Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.  
Keine statistisch signifikanten Unterschiede feststellbar.

	Syntac classic	Solobond Plus	Excite DSC	Gluma	One coat bond
Syntac classic	x				
Solobond Plus		x			
Excite DSC			x		
Gluma				x	
One coat bond					x

Tab. 50: **Mikroleakage nach 40h und nach 48h Lagerung in Farbstofflösung.**  
Total-Etch-Systeme.  
Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.  
Keine statistisch signifikanten Unterschiede feststellbar.

	Syntac classic	Solobond Plus	Excite DSC	Gluma	One coat bond
Syntac classic	x				
Solobond Plus		x			
Excite DSC			x		
Gluma				x	
One coat bond					x

Tab. 51: **Mikroleakage nach 0h und nach 16h Lagerung in Farbstofflösung.**

Self-Etch-Systeme.

Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.

Keine statistisch signifikanten Unterschiede feststellbar.

	AdheSE	Optibond Solo Plus	Contax	UniFil Bond	Xeno III	Prompt L-Pop	iBond	ED-Primer
AdheSE	x							
Optibond Solo Plus		x						
Contax			x					
UniFil Bond				x				
Xeno III					x			
Prompt L-Pop						x		
iBond							x	
ED-Primer								x

Tab. 52: **Mikroleakage nach 16h und nach 24h Lagerung in Farbstofflösung.**

Self-Etch-Systeme.

Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.

Keine statistisch signifikanten Unterschiede feststellbar.

	AdheSE	Optibond Solo Plus	Contax	UniFil Bond	Xeno III	Prompt L-Pop	iBond	ED-Primer
AdheSE	x							
Optibond Solo Plus		x						
Contax			x					
UniFil Bond				x				
Xeno III					x			
Prompt L-Pop						x		
iBond							x	
ED-Primer								x

Tab. 53: **Mikroleakage nach 24h und nach 40h Lagerung in Farbstofflösung.**

Self-Etch-Systeme.

Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.

Keine statistisch signifikanten Unterschiede feststellbar.

	AdheSE	Optibond Solo Plus	Contax	UniFil Bond	Xeno III	Prompt L-Pop	iBond	ED-Primer
AdheSE	x							
Optibond Solo Plus		x						
Contax			x					
UniFil Bond				x				
Xeno III					x			
Prompt L-Pop						x		
iBond							x	
ED-Primer								x

Tab. 54: **Mikroleakage nach 40h und nach 48h Lagerung in Farbstofflösung.**

Self-Etch-Systeme.

Ergebnisse der einfaktoriellen Varianzanalyse.

Keine statistisch signifikanten Unterschiede feststellbar.

	AdheSE	Optibond Solo Plus	Contax	UniFil Bond	Xeno III	Prompt L-Pop	iBond	ED-Primer
AdheSE	x							
Optibond Solo Plus		x						
Contax			x					
UniFil Bond				x				
Xeno III					x			
Prompt L-Pop						x		
iBond							x	
ED-Primer								x



## 9 Literaturverzeichnis

- Aasen, S. M.: History of dentinal bonding. *Esthet Dent Update* 1, 43-46 (1990)
- Akimoto, N.; Momoi, Y.; Kohno, A.; Suzuki, S.; Otsuki, M.; Suzuki, S.; Cox, C. F.: Biocompatibility of Clearfil Liner Bond 2 and Clearfil AP-X system on nonexposed and exposed primate teeth. *Quintessence Int* 29, 177-188 (1998)
- Asmussen, E.: Chemische und physikochemische Aspekte des Dentinbondings. *Phillip J* 11, 143-147 (1994)
- Asmussen, E.: Penetration of restorative resins into acid etched enamel. I. Viscosity, surface tension and contact angle of restorative resin monomeres. *Acta Odontol Scand* 35, 175-182 (1977)
- Balooch, M.; Wu-Magidi, I. C.; Balazs, A.; Marshall, S. J.; Marshall, G. W.; Siekhaus, J.; Kinney, J. H.: Viscoelastic properties of demineralized human dentin measured in water with an atomic force microscope (AFM) based indentation. *J Biomed Mater Res* 40, 539-544 (1998)
- Beer, M.: Adhäsiv oder konventionell zementieren. *ZM* 97, 10, 40-44 (2007)
- Beham, G.: Dentinhaftung von Kunststoff-Füllungsmaterialien. *Ivoclar Vivadent Report* Nr. 1, 1-11 (1984)
- Bernal, G.; Jones, R. M.; Brown, D. T.; Munoz, C. A.; Goodcare, C. J.: The effect of finishing line form and luting agent on the breaking strength of Dicor crowns. *Int J Prosthodont* 6, 286-290 (1993)
- Bischof, C.; Possart, W.: Adhäsion. Theoretische und experimentelle Grundlagen. Akademie-Verlag Berlin (1983)
- Blunck, U.: Dentinhaftmittel und Compomere. *Quintessenz* 47, 19-35 (1996)
- Blunck, U.; Roulet, J. F.: Einfluss der Wasserlagerung auf die Wirksamkeit von Dentinadhäsiven. *Dtsch Zahnärztl Z* 52, 806-808 (1997)
- Blunck, U.; Roulet, J. F.: Effect of one-year water storage on the effectiveness of dentin adhesives in Class V composite resin restorations. *J Dent Res* 78, Abstr. 2706, 444 (1999)
- Blunck, U.; Haller, B.: Klassifikation von Bondingsystemen. *Quintessenz* 50, 1021-1033 (1999)
- Blunck, U.: Sichere Langzeitergebnisse bei Einhaltung der Arbeitsschritte. *DZW-Spezial* 3, 6-13 (2004)
- Blunck, U.: Marktübersicht Adhäsivsysteme. *ZAHN PRAX* 8, 14-37 (2005)

- Bouillaguet, S.; Virgillito, M.; Wataha, J.; Ciucchi, B.; Holz, J.: The influence of dentin permeability on cytotoxicity of four dentin bonding systems, in vitro. J Oral Rehabil. 25, 45-51 (1998)
- Bowen, R. L.: Adhesive bonding of various materials to hard tooth tissue. II. Bonding to dentin promoted by a surface-active comonomer. J Dent Res 44, 895-902 (1965)
- Bowen, R. L.; Nemoto, K.; Rapson, J. E.: Adhesive bonding of various materials to hard tooth tissues: forces developing in composite materials during hardening. J Am Dent Assoc 106, 475-477 (1983)
- Brännström, M.; Aström, A.: The hydrodynamics of the dentin: Its possible relationship to dentin pain. Int Dent J 22, 219-227 (1972)
- Brännström, M.; Nyborg, H.: Cavity treatment with a microbicidal fluoride solution: Growth of bacteria and effect on the pulp. J Prosthet Dent 30, 303-310 (1973)
- Brännström, M.: Smear layer : Pathological and treatment considerations. Oper Dent 9 Suppl 3, 34-42 (1984)
- Brenner, C. : Die Adhäsivtechnik – effizient und einfach. ZMK 20, 304-316 (2004)
- Brosh, T.; Pilo, R.; Bichacho, N.; Blutstein, R.: Effect of combinations of surface treatments and bonding agents on the bond strength of repaired composites. J Prosthet Dent 77, 122-126 (1997)
- Buonocore, M. G.: A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. J Dent Res 34, 849-853 (1955)
- Burrow, M.; Tagami, J.; Hosoda, H.: The long term durability of bond strengths to dentin. Bull Tokyo Med Dent Univ 40, 173-191 (1993)
- Cardoso, P. E. C.; Placido, E.; Francci, C. E.; Perdigão, J.: Microleakage of Class V resin-based composite restorations using five simplified adhesive systems. Am J Dent 12, 291-294 (1999)
- Carvalho, R. M.; Yoshiama, M.; Pashley, E. L.; Pashley, D. H.: In vitro study on the dimensional changes of dentin after demineralization. Arch Oral Biol 41, 369-377 (1996)
- Chan, A. R.; Titley, K. C.; Chernecky, R.; Smith, D. C.: A short- and long-term shear bond strength study using acids of varying dilutions on bovine dentin. J Dent 25, 145-152 (1997)
- Charlton, D. G.: Dentin bonding: Past and present. Gen Dent 44, 498-507 (1996)
- Ciucchi, B.; Bouillaguet, S.; Russell, C.: Dentin bonding by general practitioners. J Dent Res 76, Abstr. 981, 136 (1997)

- Dammaschke, T.; Schäfer, E.: Selbstkonditionierende Dentinadhäsive ohne Abspülen: Eine neue Generation von Dentinhaftvermittlern. Teil 1. ZWR 109, 30-43 (2000)
- Davidson, C. L.; de Gee, A. J. ; Feilzer, A.: The competition between the composite-dentin bond strength and the polymerization contraction stress. J Dent Res 63, 1396-1399 (1984)
- Davidson, C. L.; De Gee, A. J.: Relaxation of polymerization contraction stresses by flow in dental composites. J Dent Res 63, 146-148 (1984)
- Demarco, F. F.; Taquinio, S. B. C.; Jaeger, M. M. M.; Cavalcanti de Aaújo, V.; Matson, E.: Pulp response and cytotoxicity evaluation of 2 dentin bonding agents. Quintessence Int 32, 211-220 (2001)
- Dippel, H. W.; Borggreven, J. M. P. M.; Hoppenbrouwers, P. M. M.: Morphology and permeability of the dentinal smear layer. J Prosth Dent 52, 657-662 (1984)
- Dörfer, C.; Staehle, H. J.; Wurst, M. W.; Duschner, H.; Pioch, T.: The nanoleakage phenomenon: influence of different dentin bonding agents, thermocycling and etching time. Eur J Oral Sci 108, 346-351 (2000)
- Duke, E. S.; Robbins, J. W.; Snyder, D. S.: Clinical evaluation of a dentinal adhesive system: tree-year results. Quintessence Int 22, 889-895 (1991)
- Duke, E. S.; Lindemuth, J.: Variability of clinical dentin substrates. Am J Dent 4, 241-246 (1991)
- Edler, T. L.; Krikorian, E.; Thompson, V. P.: FTIR surface analysis of dentin and dentin bonding agents. Abstract 1534. J Dent Res 70, 458 (1991)
- Eick, J. D.; Wilko, R. A.; Anderson, C. H.; Sorensen, S. E.: Scanning electron microscopy of cut tooth surfaces and identification of debris by use of electron microprobe. J Dent Res 49, 1359-1368 (1970)
- Eick, J. D.; Gwinnett, A. J.; Pashley, D. H.; Robinson, S. J.: Current concepts on adhesion to dentin. Crit Rev Oral Biol Med 8, 306-335 (1997)
- Eliades, G. C.; Vougiouklakis, G. J.: P-NMR study of P-based dental adhesives and electron probe microanalysis of simulated interfaces with dentin. Dent Mater 5, 101-108 (1989)
- Eliades, G. C.: Clinical relevance of the formulation and testing of dentin bonding systems. J Dent 22, 73-81 (1994)
- Emilson, C. G.; Bergenholtz, G.: Antibacterial activity of dentinal bonding agents. Quintessence Int 24, 511-515 (1993)
- Erickson, R. L.: Oberflächen-Interaktionen von Dentin-Adhäsiv-Materialien. Phillip J 11, 149-158 (1994)

- Ernst, C. P.: Was Sie schon immer über Dentinadhäsive wissen wollten. ZMK 17, 254-269 (2001)
- Ernst, C. P.: Who is who bei Kompositen und Dentinadhäsiven? ZAHN PRAX 5, 394-411 (2002)
- Esser, M.; Tinschert, J.; Marx, R.: Materialkennwerte der Zahnhartsubstanz des Rindes im Vergleich zur humanen Zahnhartsubstanz. Dtsch Zahnärztl Z 53, 713-717 (1989)
- Feilzer, A. J.; De Gee, A. J.; Davidson, C. L.: Setting stress in composite resin in relation to configuration of the restoratives. J Dent Res 66, 1636-1639 (1987)
- Ferrari, M.; Cagidiaco, M. C.; Kugel, G.; Davidson, C. L.: Dentin infiltration by tree adhesive systems in clinical and laboratory conditions. Am J Dent 9, 240-244 (1997)
- Fischer, C. H.; Grosz, A.; Masuhara, E.: 1st experiences with a new plastic filling material. Dtsch Zahnärztl Z 23, 209-212 (1968)
- Frankenberger, R.; Krämer, N.; Sindel, J.: Haftfestigkeit und Zuverlässigkeit der Verbindung Dentin-Komposit und Dentin-Compomer. Dtsch Zahnärztl Z 51, 556-560 (1996)
- Frankenberger, R.; Sindel, J.; Krämer, N.; Petschelt, A.: Die Verbindung von Adhäsivsystemen unterschiedlicher Generationen mit Schmelz und Dentin der ersten und zweiten Dentition. Dtsch Zahnärztl Z 52, 795-799 (1997)
- Frankenberger, R.; Sindel, J.; Krämer, N.; Oberschachtsiek, H.; Petschelt, A.: Die Langzeitstabilität des Komposit-Dentinverbundes nach Total Etch. Dtsch Zahnärztl Z 53, 697-700 (1998a)
- Frankenberger, R.; Sindel, J.; Krämer, N.; Petschelt, A.: Dentinhaftung von Keramikinlays in simulierten Kavitäten. Dtsch Zahnärztl Z 53, 507-512 (1998b)
- Frankenberger, R.; Sindel, J.; Krämer, N.; Petschelt, A.: Dentin bond strength and marginal adaptation: direct composite resins vs ceramic inlays. Oper Dent 24, 147-155 (1999)
- Frankenberger, R.; Petschelt, A.; Krämer, N.: Leucite-reinforced glass ceramic inlays and onlays after six years. Part I: Clinical behavior. Oper Dent 25, 459-465 (2000)
- Frankenberger, R.; Perdigão, J.; Rosa, B. T.; Lopes, M.: "No-bottle" vs "multi-bottle" dentin adhesives – a microtensile bond strength and morphological study. Dent Mater 17, 373-380 (2001)
- Frankenberger, R.: Zur Dauerhaftigkeit des Dentinverbundes. Dtsch Zahnärztl Z 57, 154-171 (2002)

- Frankenberger, R.; Strobel, W. O.; Taschner, M.; Krämer, N.; Petschelt, A.: Total Etch vs. Self-Etch - Evaluation klassischer Parameter unterschiedlicher Adhäsivsysteme. ZWR 113, 188-196 (2004)
- Friedl, K.-H.; Powers, J. M.; Hiller, K.-A.; Schmalz, G.: Der Komposit-Dentinverbund nach Anwendung von Dentinadhäsiv-Systemen. Dtsch Zahnärztl Z 50, 577-581 (1995)
- Fusayama, T.; Nakamura, M.; Kurosaki, N.; Iwaku, M.: Non-pressure adhesion of a new restorative resin. J Dent. Res. 58, 1364-1370 (1979)
- Garcia-Godoy, F.; Finger, W. J.: Reliability of microleakage evaluation using dentin bonding agents. J Dent Res 72 (Spec Iss): 308, Abstract 1636 (1993)
- Gente, M. ; Sondermann, U. ; Lehmann, K.-M.: Linearer thermischer Ausdehnungskoeffizient von Rinderschmelz und Rinderdentin. Dtsch Zahnärztl Z 40, 488-490 (1985)
- Geurtsen, W.; Schoeler, U.: A 4-year retrospective clinical study of Class I and Class II composite restorations. J Dent 25, 229-232 (1997)
- Göbel, R.; Welker, D.: Legierungs-Kunststoff-Verbunde in der Zahnmedizin – experimentelle Stressung und Prüfung. SWISS DENT 17, 7-8, 9-13 (1996)
- Göbel, R.; Musil, R.: Verblendkunststoffe. In: Meiners, H. und Lehmann, K. M. (Hrsg.): Klinische Materialkunde für Zahnärzte. Carl Hanser München Wien, 341-343 (1998)
- Göhring, T. N.; Schöneberger, K. A.; Lutz, F.: Potential of restorative systems with simplified adhesives: Quantitative analysis of wear and marginal adaptation in vitro. Am J Dent 16, 275-282 (2003)
- Goldmann, M.; De Vitre, R.; Pier, M.: Effect of the dentin smeared layer on the tensile strength of cemented posts. J Prosth Dent 52, 485-488 (1984)
- Gomolka, M. : Experimentelle Untersuchungen von Stumpfaufbau-Werkstoffen und Adhäsiv-Systemen zu Zahnhartsubstanzen und metallischen Werkstoffen. Zahnmed Diss Jena (2003)
- Gordan, V. V.; Vargas, M. A.; Cobb, D. S.; Denehy, G. E.: Evaluation of acidic primers in microleakage of Class 5 composite resin restorations. Oper Dent 23, 244-249 (1998)
- Gutjahr, S.; Holzmeier, M.: iBond: Die 7. Bondinggeneration. Schneller-einfacher-sicherer. Dent Spiegel 23, 6, 46 (2003)
- Gwinnett, A. J.: Moist versus dry dentin: it is effect on shear bond strength. Am J Dent 5, 127-129 (1992)

- Gwinnett, A. J.; Buonocore, M.G.; Sheykholeslam, Z.: Effect of fluoride on etched human and bovine tooth enamel surfaces as demonstrated by scanning electron microscopy. Arch Oral Biol 17, 271-278 (1992a)
- Gwinnett, A. J.; Dickerson, W. G.; Shuan, J.: Dentin bond shear strength and microleakage for Syntac/ Heliobond: a comparison between the manufacturer's and total etch technique. J Esthet Dent 4, 164-168 (1992b)
- Gwinnett, A. J.: Effect of long-term water storage on dentin bonding. Am J Dent 7, 109-111 (1994a)
- Gwinnett, A. J.: Altered tissue contribution to interfacial bond strength with acid conditioned dentin. Am J Dent 7, 243-246 (1994b)
- Haller, B.; Thull, R.; Klaiber, B.; Teuber, M.: An extrusion test for determination of bond strength to dentin. J Dent Res 70 (Spec Iss), 525, Abstr. 2070 (1991)
- Haller, B.: Aktueller Stand der Komposit-Dentinhaftung. Zahnärztl Mitt 82, 86-97 (1992a)
- Haller, B.: Untersuchungen zum Mechanismus und zur Wirksamkeit von Komposit-Dentinhaftvermittlern. Med Habil, Würzburg (1992b)
- Haller, B.; Hofmann, N.; Klaiber, B.; Pfannkuch, A.: Beständigkeit des Komposit-Dentinverbundes bei künstlicher Alterung. Dtsch Zahnärztl Z 48, 100-104 (1993)
- Haller, B.: Mechanismus und Wirksamkeit von Dentinhaftvermittlern. Dtsch Zahnärztl Z 49, 750-759 (1994)
- Haller, B.; Windsheimer, U.; Hofmann, N.; Klaiber, B.: Selektive Schmelzätzung oder Total Etch? Dtsch Zahnärztl Z 50, 824-827 (1995)
- Haller, B.: Einkomponenten-Adhäsive – Aktueller Entwicklungsstand. Dtsch Zahnärztekalendar, Hanser, München, 169-188 (1997)
- Haller, B.; Fritzenschaft, A.: Dentinhaftung von Ein- und Mehrkomponenten-Haftvermittlern bei Dry und Moist Bonding in vitro. Dtsch Zahnärztl Z 54, 225-230 (1999)
- Haller B.; Blunck, U.: Übersicht und Wertung der aktuellen Bondingsysteme. ZM 93, 48-58 (2003)
- Hamid, A.; Hume, W. R.: The effect of dentin thickness on diffusion of resin monomers in vitro. J Oral Rehabil 24, 20-25 (1997)
- Hannig, M.; Bott, B.: Randschlussverhalten von plastischen zahnfarbenen Füllungen in dentinbegrenzten Klasse-II-Kavitäten. Dtsch Zahnärztl Z 55, 134-138 (2000)

- Hannig, M.; Bock, H.; Bott, B.; Hoth-Hannig, W.: Inter-crystallite nanoretention of self-etch adhesives at enamel imaged by transmission electron microscopy. *Eur J Oral Sci* 110, 464-470 (2002)
- Harris, R. K.; Phillips, R. W.; Swartz, M. L.: An evaluation of two resin systems for restoration of abraded areas. *J Prosthet Dent* 31, 537-546 (1974)
- Hellwig, E.; Klimek, J.; Attin, Th.: Einführung in die Zahnerhaltung. Urban & Fischer München – Jena 2. Aufl., 3-9, 133-135 (1999)
- Heymann, H. O.; Sturdevant, J. R.; Brunson, W. D.; Wilder, A. D.; Sluder, T. B.; Bayne, S. C.: Twelve-month clinical study of dentinal adhesives in Class V cervical lesions. *J Am Dent Assoc* 116, 179-183 (1988)
- Heymann, H. O.; Bayne, S. C.: Current concepts in dentin bonding. Focusing on dentinal adhesion factors. *J Am Dent Assoc* 124, 26-36 (1993)
- Hickel, R.: Moderne Füllungswerkstoffe. *Dtsch Zahnärztl Z* 52, 572-585 (1997)
- Hoppe, W. F.; Stüben, J.: Über die Messung des Volumens der Dentinkanälchen und über das Verhältnis des Kanalvolumens zum Gesamtvolumen. *Stoma* 18, 38-45 (1965)
- Inoue, S.; Vargas, M. A.; Abe, Y.; Yoshida, Y.; Lambrechts, P.; Vanherle, G.; Sano, H.; Van Meerbeek, B: Microtensile bond strength of eleven contemporary adhesives to dentin. *J Adhes Dent* 3, 237-245 (2001)
- Janda, R.: Kleben und Klebetechniken. *dental-lab* 4, 615-628 (1992)
- Jendresen, M. D.; Glantz, P. O.: Mikrotopography and clinical adhesiveness of an acid etched tooth surface. *Acta Odontol Scand* 39, 47-53 (1981)
- Johnsen, G.; Brännström, M.: Reinigung und Isolierung präparierter Flächen. *Quintessenz* 27, 139-145 (1976)
- Kaaden, C.; Powers, J. M.; Friedl, K. H.; Schmalz, G.: Bond strength of self-Etch adhesives to dental hard tissues. *Clin Oral Investig* 6, 155-160 (2002)
- Kamel, F. M.; Retief, D. H.; Mandras, R. S.; Russell, C. M.: Laboratory study of the Herculite XR system. *Am J Dent* 3, 271-277 (1990)
- Kanca, J.: Effect of resin primer solvents and surface wetness on resin composite bond strength to dentin. *Am J Dent* 5, 213-215 (1992a)
- Kanca, J.: Resin bonding to wet substrate. I. Bonding to dentin. *Quintessence Int* 23, 39-41 (1992b)
- Kanca, J.: Microleakage of five dentin bonding systems. *Dent Mater* 5, 415-416 (1998)

- Kemp-Scholte, C. M.; Davidson, D. L.: Marginal sealing of curing contraction gaps in Class V composite resin restorations. J Dent Res 67, 841-845 (1988)
- Kinney, J. H.; Balooch, M.; Haupt, D. L.; Marshall, S. J.; Marshall, G. W.: Mineral distribution and dimensional changes in human dentin during demineralization. J Dent Res 74, 1179-1184 (1995)
- Kitasko, Y.; Arakawa, M.; Sonoda, H.: Light and scanning electron microscopy of the inner surfaces of resin used in direct pulp capping. Am J Dent 12, 217-221 (1999)
- Klötzer, W. T.: Biokompatibilität zahnärztlicher Materialien. Teil 1: Substanzen mit Dentinkontakt. Dtsch Zahnärztl Z 44, 822-825 (1989)
- Krejci, I.; Picco, U.; Lutz, F.: Dentinhaftung bei zahnfarbenen adhäsiven MOD-Sofortinlays aus Komposit. Schweiz Monatsschr Zahnmed 100, 1151-1159 (1990)
- Krejci, I.; Schüpbach, P.; Lutz, F.: Klinik der Dentinadhäsive – Konzept der differenzierten Applikation: Totales und selektives Bonding und Dentinversiegelung. Der Freie Zahnarzt 39, 34-48 (1995)
- Kubo, S.; Finger, W. J.; Müller, M.; Podszun, W.: Principles and mechanism of bonding with dentin adhesive materials. J Esthet Dent 3, 62-69 (1991)
- Kunzelmann, K.-H.; Krause, F.; Hickel, R.: Dentinhaftung von Kompositfüllungen und Keramikinlays in Klasse-II-Kavitäten. Dtsch Zahnärztl Z 48, 724-727 (1993)
- Lambrechts, P.; Van Meerbeek, B.; Perdigão, J.; De Munck, J.; Vanherle, G.: Mögliche Fehler bei der klinischen Anwendung von Adhäsiven. In: Hickel, R.; Kunzelmann, K.-H.; Frankenberger, R. (Hrsg.): Die Adhäsivtechnologie – Ein Leitfaden für Theorie und Praxis. Dent Net Masters 3M ESPE Expert Education, Seefeld, 29-45 (2001)
- Li, H.; Burrow, M. F.; Tyas, M. J.: The effect of long-term storage on nanoleakage. Oper Dent 26, 609-616 (2001)
- Li, H.; Burrow, M. F.; Tyas, M. J.: The effect of load cycling on the nanoleakage of dentin bonding systems. Dent Mater 18, 111-119 (2002)
- Lutz, F.; Lüscher, B.; Ochsenbein, H.; Mühlemann, H. R.: Adhäsive Zahnheilkunde. Juris Druck & Verlag Zürich (1975)
- Lutz, F.; Krejci, I.; Schüpbach, P.: Adhäsivsysteme für zahnfarbene Restaurationen. Schweiz Monatsschr Zahnmed 103, 537-549 (1993)
- Mandras, R. S.; Retief, D. H.; Russell, C. M.: Quantitative microleakage of six dentin bonding agents. Am J Dent 6, 119-122 (1993)



- Marx, R.; Fischer, H.; Sahin, G.; Wilke, M.; Tinschert, J.: Haftfestigkeit neuer Dentinhaftvermittler nach korrosiver Belastung. Dtsch Zahnärztl Z 53, 748-752 (1998)
- Mason, P. N.; Ferrari, M.; Cagidiaco, M. C.; Davidson, C. L.: Shear bond strength of four dentinal adhesives applied in vivo and in vitro. J Dent 24, 217-222 (1996)
- McCabe, J. F.; Rushby, S.: Dentin bonding – the effect of precuring the bonding resin. Br Dent J 176, 333-336 (1994)
- Miyazaki, M.; Mikitake, S.; Onose, H.; Moore, K.: Influence of thermal cycling on dentin bond strength of two-step bonding systems. Am J Dent 11, 118-122 (1998)
- Mjör, I. A.: Pulp-dentin biology in restorative dentistry. Quintessence Publishing Co. Inc Chicago, Berlin, Tokyo, London, Paris, Milan, Barcelona, Istanbul, São Paulo, New Delhi, Moscow, Prague and Warshaw (2002)
- Moll, K.; Gärtner, T.; Haller, B.: Effect of moist bonding on composite/enamel bond strength. Am J Dent 15, 85-90 (2002a)
- Moll, K.; Park, H. J.; Haller, B.: Bond strength of adhesive/composite combinations to dentin involving total- and self-etch adhesives. J Adhes Dent 4, 171-180 (2002b)
- Müller, F.: Bonding mit nur einer Flasche. Zahnarzt Wirtschaft Praxis (ZWP) spezial 4, 34 (2003)
- Munksgaard, E. J.: Amine-induced polymerization of aqueous HEMA/aldehyde during action as a dentin bonding agent. J Dent Res 69, 1236-1239 (1990)
- Nakabayashi, N.; Kojima, K.; Masuhara, E.: The promotion of adhesion by infiltration of monomers into tooth substrates. J Biomed Mater Res 16, 265-273 (1982)
- Nakabayashi, N.: The hybrid layer: a resin-dentin composite. Proc Finn Dent Soc 88 (Suppl Issue), 321-329 (1992)
- Nakabayashi, N.; Takarada, K.: Effect of HEMA on bonding to dentin. Dent Mater 8, 125-130 (1992)
- Nakabayashi, N.; Watanabe, A.; Gendusa, N. J.: Dentin adhesion of “modified” 4-META/MMA-TBB resin: function of HEMA. Dent Mater 8, 259-264 (1992a)
- Nakabayashi, N.; Ashizawa, M.; Nakamura, M.: Identification of a resin-dentin hybrid layer in vital human dentin created in vivo: durable bonding to vital dentin. Quintessence Int 23, 135-141 (1992b)
- Nakamichi, J.; Iwaku, M.; Fusuyama, T.: Bovine teeth as possible substitute in the adhesion Test. J Dent Res 62, 1076-1081 (1983)

- Ngoh, E. C.; Pashley, D. H.; Loushine, R., J.; Weller, R. N.; Kimbrough, W. F.: The effects of eugenol on resin bond strength to root canal dentin. *J Endod* 27, 411-414 (2001)
- Oberländer, H.; Friedl, K.-H.; Schmalz, G.; Vasileva, R.; Hiller, K.-A.: Bond strength of polyacid modified resins using a new one-step adhesive system. *J Dent Res* 78 (Special Issue), 446 (IDAR Abstract 2721) (1999)
- Oilo, G.: Bond strength testing – what does it mean? *Int Dent J* 43, 492-498 (1993)
- Okuda, M.; Pereira, P. N. R.; Nakajima, M.; Tagami, J.; Pashley, D. H.: Long-term durability of resin dentin interface: nanoleakage vs microtensile bond strength. *Oper Dent* 27, 289-296 (2002)
- Pantke, H.; Schienbein, H.; Schmidt, H.F.M.: Schmelzstrukturen bei den Herbivoren Rind und Reh. *Dt Zahnärztebl* 25, 472-484 (1971)
- Paschal, J. E. Jr.; Burgess, J.: Tensile load to remove posts cemented with different cements. *J Dent Res* 74 (Special Issue), 182 (1995)
- Pashley, D. H.; Michelich, V.; Kehl, T.: Dentin permeability: effects of smear layer removal. *J Prosthet Dent* 46, 531-537 (1981)
- Pashley, D. H.: Smear layer: physiological considerations. *Oper Dent* 3, 13-29 (1984)
- Pashley, D. H.: Dentin – a dynamic substrate – a review. *Scanning Microscope* 3, 161-174 (1989)
- Pashley, D. H.; Ciucchi, B.; Sano, H.: Dentin as a bonding substrate. *Dtsch Zahnärztl Z* 49, 760-763 (1994)
- Patierno, J. M.; Rueggeberg, F. A.; Anderson, R. W.; Weller, R. N.; Pashley, D. H.: Push out strength and SEM evaluation of resin composite bonded to internal cervical dentin. *Endod Dent Traumatol* 12, 227-236 (1996)
- Paul, S. J.; Welter, D. A.; Ghazi, M.; Pashley, D.: Nanoleakage at the dentin adhesive interface vs  $\mu$ -tensile bond strength. *Oper Dent* 24, 181-188 (1999)
- Perdigão, J.; Swift, E. J.; Cloe, B. C.: Effects of etchants, surface moisture, and resin composite on dentin bond strengths. *Am J Dent* 6, 61-64 (1993)
- Perdigão, J.; Denehy, G. E.; Swift, E. J.: Silica contamination of etched dentin and enamel surfaces: A scanning electron microscopic and bond strength study. *Quintessence Int* 25, 327-333 (1994)
- Perdigão, J.; Lambrechts, P.; Van Meerbeek, B.; Tome, A. R.; Vanherle, G.; Lopes, A. B.: Morphological field emission - SEM study of the effect of six phosphoric acid etch agents on human dentin. *Dent Mater* 12, 262-272 (1996)
- Perdigão, J.; Van Meerbeek, B.; Lopes, M. M.; Ambrose, W. W.: The effect of a rewetting agent on dentin bonding. *Dent Mater* 15, 282-295 (1999)

- Pioch, T.; Dörfer, C.; Staehle, H. J.: Schmelz-Dentin-Adhäsive. In: Meiners, H. und Lehmann, K. M. (Hrsg.): Klinische Materialkunde für Zahnärzte. Carl Hanser München Wien, 154-158 (1998)
- Pioch, T.: Das Phänomen der „Nanoleakage“ am Komposit-Dentin-Übergang bei Anwendung von Adhäsiven. Dtsch Zahnärztl Z 55, 387-393 (2000)
- Prisco, D.; De Santis, R.; Mollica, F.; Ambrosio, L.; Rengo, S.; Nicolais, L.: Fiber post adhesion to resin luting cements in the restoration of endodontically-treated teeth. Oper Dent 28, 515-521 (2003)
- Rathke, A.: Klinische Anwendung von Dentinadhäsiv-Systemen. dental-praxis 7/8, 195-216 (2002)
- Reinhardt, K. J.: Aktuelle Perspektiven der Dentin-Haftvermittlung. Phillip J 14, 101-111 (1997)
- Reinhardt, K. J.: All-in-One. dental-praxis 22, Sonderdruck, 1-9 (2005)
- Retief, D. H.: Adhesion to dentin. J Esthet Dent 3, 106-113 (1991)
- Richter, W.: Universaladhäsive in der restaurativen Zahnheilkunde. ZWR 99, 708-712 (1990)
- Rosa, B. T.; Perdigão, J.; Nunes, M. F.: The effects of conditioner, adhesives and restorative material on shear bond strengths. J Dent Res 78 (Special Issue), 392 (IDAR Abstract 2294) (1999)
- Rosin, M.; Wilkens, M.; Splieth, C.: Einfluss des Zementtyps auf die Retention von Wurzelstiften. Quintessenz 54, 975-981 (2003)
- Ruyter, I. E. : Die chemischen Grundlagen dentaler Adhäsivsysteme. Phillip J 12, 481-488 (1995)
- Sandberg, E.; Bergenholtz, G.; Eklund, C.; Dahlgren U. I.: HEMA bound to self-protein promotes auto-antibody production in mice. J Dent Res 81, 633-636 (2002)
- Sano, H.; Takatsu, T.; Ciucchi, B.; Russell, C. M.; Pashley, D. H.: Tensile properties of resin-infiltrated demineralized human dentin. J Dent Res 74, 1093-1102 (1994a)
- Sano, H.; Shono, T.; Takatsu, T.; Hosoda, H.: Microporous dentin zone beneath resin-impregnated layer. Oper Dent 19, 59-64 (1994b)
- Sano, H.; Takatsu, T.; Ciucchi, B.; Herner, J. A.; Matthews, W. G.; Pashley, D. H.: Nanoleakage: Leakage within the hybrid layer. Oper Dent 20, 18-25 (1995)
- Sano, H.; Yoshikawa, T.; Pereira, P. N. R.; Kanemura, N.; Morigami, M.; Tagami, J.; Pashley, D. H.: Long-term durability of dentin bonds made with a self-Etch primer, in vivo. J Dent Res 78, 906-911 (1999)

- Santini, A.; Plasschaert, A. J. M.; Mitchell, S.: Effect of composite resin placement techniques on the microleakage of two self-Etch dentin-bonding agents. Am J Dent 14, 132-136 (2001)
- Saunders, W. P.; Saunders, E. M.: Microleakage of bonding agents with wet and dry bonding techniques. Am J Dent 9, 34-36 (1996)
- Schaller, H. G.; Stumbaum, P.; Götze, W.: Der Einfluss der Dentinkonditionierung auf die Dentinpermeabilität. Dtsch Stomatol 41, 369-371 (1991)
- Schäfer, E.: Geschichtliche Entwicklung, Klassifizierung und Haftungsmechanismen der Dentinadhäsive. Teil 1, ZWR 108, 218-225 (1999), Teil 2, ZWR 108, 306-311 (1999), Teil 3, ZWR 108, 390-396 (1999)
- Schilke, R.; Bauss, O.; Lisson, J. A.; Schuckar, M.; Geurtsen, W.: Bovine dentin as a substrate for human dentin in shear bond strength measurements. Am J Dent 12, 92-96 (1999)
- Schmidt, K. P.: Intentionell reversible Schmelz-Adhäsivtechnik über ausgewählte Dentin- und Schmelz-Dentin-Adhäsive – eine In-Vitro-Studie. Med Diss, Erlangen (1997)
- Schönbrodt, M.; Schmage, P.; Nergiz, I.; Platzer, U.: Haftfestigkeiten zahnfarbener Wurzelstifte in Abhängigkeit von der Oberflächenbehandlung und dem Befestigungskomposit. Dtsch Zahnärztl Z 58, 55-59 (2003)
- Schroeder, H. E.: Orale Strukturbilogie. Thieme, Stuttgart (1976)
- Schuurs, A. H. B.; Gruythuysen, R. J. M.; Wesselink, P. R.: Pulp capping with adhesive resin-based composite vs. calcium hydroxide: a review. Endod Dent Traumatol 16, 240-250 (2000)
- Smith, D. C.: A new dental cement. Br Dent J 124, 381-384 (1968)
- Soltész, U.: Polymerisationsschrumpfung einiger neuerer Komposit-Füllungswerkstoffe. ZM 88, 1404-1406 (1998)
- Söderholm, K.-J. M.: Does resin based dentin bonding work? Int Dent J 45, 371-381 (1995)
- Spencer, P.; Swafford, J. R.: Unprotected protein at the dentin-adhesive interface. Quintessence Int 30, 501-507 (1999)
- Swift, E. J.; Perdigão, J.; Heymann, H. O.: Bonding to enamel and dentin: a brief history and state of the art. Quintessence Int 26, 95-110 (1995)
- Takahashi, A.: In vivo long-term durability of the bond to dentin using two adhesive systems. J Adhes Dent 4, 151-159 (2002)

- Takuma, S.: Ultrastructure of dentinogenesis. In: Miles A. E. W. (ed). Vol 1: Structural and Chemical Organization of Teeth. New York: Academic Press, 325-370 (1967)
- Tatsumi, T.; Inokoshi, S.; Yamada, T.; Hosoda, H.: Remineralization of etched dentin. J Prosthet Dent 76, 617-620 (1992)
- Tay, F. R.; Gwinnett, A. J.; Pang, K. M.; Wie, S. H.: Structural evidence of a sealed tissue interface with a total-etch wet-bonding technique in vivo. J Dent Res 73, 629-636 (1994)
- Tay, F. R.; Gwinnett, A. J.; Wie, S. H. Y.: Ultrastructure of the resin-dentin interface following reversible and irreversible rewetting. Am J Dent 10, 77-82 (1997)
- Tay, F. R.; Moulding, K. M.; Pashley, D. H.: Distribution of nanofillers from a simplified-step adhesive in acid-conditioned dentin. J Adhes Dent 1, 103-117 (1999)
- Tay, F. R.; Pashley, D. H.: Aggressiveness of contemporary self-Etch systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. Dent Mater 17, 296-308 (2001)
- Tay, F. R.; King, N. M.; Chan, K.; Pashley, D. H.: How can nanoleakage occur in self-Etch adhesive systems that demineralize and infiltrate simultaneously? J Adhes Dent 4, 255-269 (2002a)
- Tay, F. R.; Pashley, D. H.; Yoshiyama, M.: Two modes of nanoleakage expression in single-step adhesives. J Dent Res 81, 472-476 (2002b)
- Tay, F. R.: Dentinadhäsive – Status quo und Zukunft. ZMK 19, 432-435 (2003)
- Thonemann, B.; Federlin, M.; Schmalz, G.; Grundler, W.: Total bonding vs selective bonding: Marginal adaptation of Class II composite restorations. Oper Dent 24, 261-271 (1999)
- Tinschert, J.; Wilke, M.; Esser, M.; Marx, R.: Haftfestigkeit und hydrolytische Beständigkeit neuerer Dentinhaftvermittler. Dtsch Zahnärztl Z 52, 295-298 (1997)
- Tjan, A. H. L.; Castelnovo, J.; Liu, P.: Bond strength of multi-step and simplified-step systems. Am J Dent 9, 269-272 (1996)
- Toida, T.; Watanabe, A.; Nakabayashi, N.: Effect of smear layer on bonding to dentin prepared with bur. J Jpn Dent Mater 14, 109-116 (1995)
- Van Meerbeek, B.; Lambrechts, P.; Inokoshi, S.; Braem, M.; Vanherle, G.: Factors affecting adhesion to mineralized tissues. Oper Dent 5, 111-124 (1991)
- Van Meerbeek, B.; Inokoshi, S.; Braem, M.; Lambrechts, P.; Vanherle, G.: Morphological aspects of the resin-dentin interdiffusion zone with different dentin adhesive systems. J Dent Res 71, 1530-1540 (1992)

- Van Meerbeek, B.; Braem, M.; Lambrechts, P.; Vanherle, G.: Dentinhaftung: Mechanismus und klinische Resultate. Dtsch Zahnärztl Z 49, 977-984 (1994)
- Van Meerbeek, B.; Yoshida, Y.; Lambrechts, P.; Vanherle, G.; Duke, E. S.; Eick, J. D.; Robinson, S. J.: A TEM study of two water-based adhesive systems bonded to dry and wet dentin. J Dent Res 77, 50-59 (1998)
- Van Meerbeek, B.; Yoshida, Y.; Snauwaert, J.; Helleman, L.; Lambrechts, P.; Vanherle, G.; Wasaka, K.; Pashley, D. H.: Hybridization effectiveness of a two-step versus a three-step smear layer removing adhesive system examined correlatively by TEM and AFM. J Adhes Dent 1, 7-23 (1999)
- Viohl, J.; Welker, D.: Zemente. In: Kappert, H. F.; Eichner, K. (Hrsg.): Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung, Bd. II, Zahnärztliche Werkstoffe unter klinischen Aspekten. (6. Aufl.) Thieme, Stuttgart (2008)
- Vargas, M. A.; Fortin, D.; Meckes, M.: Effect of primer coats on composite bond strength to dentin. J Dent Res 74, 34, Abstr. 182-287 (1995)
- Walshaw, P. R.; McComb, D.: SEM characterization of the resin-dentin interface produced in vivo. J Dent 23, 281-287 (1995)
- Walshaw, P. R.; McComb, D.: Clinical considerations for optimal dentinal bonding. Quintessence Int 27, 619-625 (1996)
- Watanabe, I.; Nakabayashi, N.: Bonding durability of photocured Phenyl-P in TEGDMA to smear layer-retained bovine dentin. Quintessence Int 24, 335-342 (1993)
- Welker, D.; Neupert, G.; Oehring, G.: Aspekte der Toxizitätsprüfung stomatologischer Werkstoffe. Zahn Mund Kieferheilkd 74, 699-705 (1986)
- Welker, D.: Die adhäsive Restauration – eine besondere zahnärztliche Leistung. tzb 11, 404-408 (1996)
- Wilder, A. D. Jr.; Swift, E. J. Jr.; May, K. N. Jr.; Waddell, S. L.: Bond strengths of conventional and simplified bonding systems. Am J Dent 11, 114-117 (1998)
- Wilson, A. D.; Kent, B. E.: A new translucent cement for dentistry. The glass ionomer cement. Br Dent J 132, 133-135 (1972)
- Wurst, M. W.: Experimentelle Untersuchungen zur „Nanoleakage“ zwischen Dentin und Adhäsivmaterialien unter Berücksichtigung der Langzeitlagerung, einer Fluoridfreisetzung sowie einer Dentintrocknung. Med Diss Heidelberg (2001)

## **10 Anhang**

### **Danksagung**

Herrn Prof. Dr. med. dent. habil. D. Welker, ehem. Leiter des Bereiches Werkstoffkunde und Technologie der Poliklinik für Zahnärztliche Prothetik und Werkstoffkunde des Zentrums für Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde am Klinikum der Friedrich-Schiller-Universität Jena, möchte ich für die Überlassung des Themas, die gewährte freundliche Unterstützung und das stete Interesse am Fortgang der Arbeit danken.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Dr. R. Göbel, wissenschaftlicher Mitarbeiter des Bereiches Werkstoffkunde und Technologie der Poliklinik für Zahnärztliche Prothetik und Werkstoffkunde des Zentrums für Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde am Klinikum der FSU Jena, für die fachlich kompetente Beratung, Anleitung und Unterstützung in allen methodischen und werkstoffkundlichen Fragen.

Desweiteren danke ich Frau Dr. A. Rzanny und Herrn M. Fachet, wissenschaftliche Mitarbeiter des Bereiches Werkstoffkunde und Technologie der Poliklinik für Zahnärztliche Prothetik und Werkstoffkunde des Zentrums für Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde am Klinikum der FSU Jena, für die fachliche Hilfestellung bei der Durchführung der Experimente und die unermüdliche Beratung und Betreuung.

Weiterhin möchte ich Frau Kaiser, Mitarbeiterin am Institut für Ultrastrukturforschung der FSU Jena und Herrn Raser, Mitarbeiter des Bereiches Werkstoffkunde und Technologie der Poliklinik für Zahnärztliche Prothetik und Werkstoffkunde des Zentrums für Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde am Klinikum der FSU Jena, recht herzlich für ihr Engagement bei den rasterelektronenmikroskopischen und mikroskopischen Untersuchungen danken sowie den Mitarbeiterinnen der Prosektur des Anatomischen Institutes Jena.

Ebenso möchte ich den Doktoranden aus dem Bereich Werkstoffkunde und Technologie für ihre freundliche und hilfsbereite Unterstützung danken und meiner Familie sowie meinem Partner für ihren verständnisvollen Beistand.

## **Ehrenwörtliche Erklärung**

Hiermit erkläre ich, dass mir die Promotionsordnung der Medizinischen Fakultät der Friedrich-Schiller-Universität bekannt ist,

ich die Dissertation selbst angefertigt habe und alle von mir benutzten Hilfsmittel, persönliche Mitteilungen und Quellen in meiner Arbeit angegeben sind,

mich folgende Personen bei der Auswahl und Auswertung des Materials sowie bei der Herstellung des Manuskripts unterstützt haben:

Herr Prof. em. Dr. D. Welker sowie die in der Danksagung genannten Personen,

die Hilfe eines Promotionsberaters nicht in Anspruch genommen wurde und dass Dritte weder unmittelbar noch mittelbar geldwerte Leistungen von mir für Arbeiten erhalten haben, die in Zusammenhang mit dem Inhalt der vorgelegten Dissertation stehen,

dass ich die Dissertation noch nicht als Prüfungsarbeit für eine staatliche oder andere wissenschaftliche Prüfung eingereicht habe und

dass ich die gleiche, eine in wesentlichen Teilen ähnliche oder eine andere Abhandlung nicht bei einer anderen Hochschule als Dissertation eingereicht habe.

Kassel, den 27. Oktober 2008

Anja Müller